

# NOTE TO USERS

This reproduction is the best copy available.

**UMI<sup>®</sup>**





UNIVERSITÉ DE MONTRÉAL

CONTRIBUTION À L'AMÉLIORATION DES PROPRIÉTÉS DE  
MÉLANGES DE POUDRES D'ACIER

HUGUES L'ESPÉRANCE

PROGRAMME DE GÉNIE DES MATÉRIAUX

ÉCOLE POLYTECHNIQUE DE MONTRÉAL

MÉMOIRE PRÉSENTÉ EN VUE DE L'OBTENTION  
DU DIPLOME DE MAÎTRISE ÈS SCIENCES APPLIQUÉES  
(GÉNIE MÉTALLURGIQUE)

AOÛT 2004



Library and  
Archives Canada

Bibliothèque et  
Archives Canada

Published Heritage  
Branch

Direction du  
Patrimoine de l'édition

395 Wellington Street  
Ottawa ON K1A 0N4  
Canada

395, rue Wellington  
Ottawa ON K1A 0N4  
Canada

*Your file    Votre référence*

*ISBN: 0-612-97960-1*

*Our file    Notre référence*

*ISBN: 0-612-97960-1*

#### NOTICE:

The author has granted a non-exclusive license allowing Library and Archives Canada to reproduce, publish, archive, preserve, conserve, communicate to the public by telecommunication or on the Internet, loan, distribute and sell theses worldwide, for commercial or non-commercial purposes, in microform, paper, electronic and/or any other formats.

The author retains copyright ownership and moral rights in this thesis. Neither the thesis nor substantial extracts from it may be printed or otherwise reproduced without the author's permission.

#### AVIS:

L'auteur a accordé une licence non exclusive permettant à la Bibliothèque et Archives Canada de reproduire, publier, archiver, sauvegarder, conserver, transmettre au public par télécommunication ou par l'Internet, prêter, distribuer et vendre des thèses partout dans le monde, à des fins commerciales ou autres, sur support microforme, papier, électronique et/ou autres formats.

L'auteur conserve la propriété du droit d'auteur et des droits moraux qui protègent cette thèse. Ni la thèse ni des extraits substantiels de celle-ci ne doivent être imprimés ou autrement reproduits sans son autorisation.

---

In compliance with the Canadian Privacy Act some supporting forms may have been removed from this thesis.

Conformément à la loi canadienne sur la protection de la vie privée, quelques formulaires secondaires ont été enlevés de cette thèse.

While these forms may be included in the document page count, their removal does not represent any loss of content from the thesis.

Bien que ces formulaires aient inclus dans la pagination, il n'y aura aucun contenu manquant.

UNIVERSITÉ DE MONTRÉAL

ÉCOLE POLYTECHNIQUE DE MONTRÉAL

Ce mémoire intitulé :

CONTRIBUTION À L'AMÉLIORATION DES PROPRIÉTÉS  
DE MÉLANGES DE POUDRES D'ACIER

Présenté par : L'ESPÉRANCE Hugues

en vue de l'obtention du diplôme de : Maîtrise ès sciences appliquées

a été dûment accepté par le jury d'examen constitué de :

M. BAÏLON Jean-Paul, D.Sc.A., Président

M. L'ESPÉRANCE Gilles, Ph.D., membre et directeur de recherche

M. TURENNE Sylvain, Ph.D., membre

## **REMERCIEMENTS**

---

La réalisation de ce projet n'aurait pas été possible sans l'appui et le support de plusieurs personnes. Par conséquent, j'aimerais remercier toutes les personnes qui ont contribué de près ou de loin à la réalisation de ce travail. Je remercie, en particulier, le professeur Gilles L'Espérance, qui, en tant que directeur de recherche a su me guider tout au long de ce projet. En plus de ses aptitudes intellectuelles, ses qualités personnelles comme son souci du détail, ses idéologies, sa patience et son dynamisme ont contribué largement à ma formation. Gilles, tu n'as pas été seulement un directeur de recherche pour moi, mais aussi un ami, car tu as su me conseiller personnellement dans certains moments. Si je suis rendu là aujourd'hui, c'est un peu grâce à toi, merci pour tout.

J'aimerais également remercier d'une manière toute spéciale M. Kenneth Stodola, président de la compagnie Domfer Poudres Métalliques Inc, qui a consenti le financement de ce projet en l'intégrant au programme de recherche Visa (du Ministère de l'Industrie, Commerce et Technologies). De plus, M. Stodola m'a permis d'assister à deux congrès internationaux sur la métallurgie des poudres aux États-Unis, ce qui s'est avéré une expérience enrichissante et très formatrice. Je veux également exprimer ma reconnaissance envers l'équipe de Domfer, entre autres MM. Jean-Louis Charlebois, Carl Blais, Eric Perrier, Michel Lessard, mais surtout aux deux techniciens de laboratoire,

Dany Richard et Stéphane Caron, pour m'avoir appris et laissé utiliser l'ensemble des appareils.

Nous ne pouvons pas passer deux années à travailler sur un projet sans être entouré de personnes avec qui nous entretenons de bonnes relations. Par conséquent, j'aimerais remercier mes collègues du Centre de Caractérisation Microscopique des Matériaux (CM)<sup>2</sup>, Philippe Beaulieu, Patrick Boilard, Jean Claudinon, Benoît Julien, Martin Miller, Pascal Murray et Philippe Plamondon pour leur aide et leur bonne compagnie. Merci également à Madame Carole Massicotte, technicienne du programme de génie des Matériaux, pour son aide.

Il y a deux personnes qui ont été très importantes pour moi et que je voudrais remercier d'une façon très spéciale: Mme Élise Campeau et M. Éric Duchesne. Élise, merci pour tout ce que tu as fait pour moi et je n'oublierais jamais le plaisir que j'ai eu à te côtoyer au cours de ces deux années. Quant à toi Éric, mon collègue de bureau serviable et dévoué, en plus de notre relation professionnelle, j'ai établi avec toi une véritable amitié qui j'espère perdurera au cours des prochaines années.

Finalement, je tiens à offrir ma reconnaissance à toute ma famille pour m'avoir encouragé et soutenu, mais surtout d'avoir supporté mes humeurs... Merci spécial, à mon grand-père, Lucien, qui m'a toujours encouragé au cours de mes études et qui s'est toujours intéressé à l'avancement de mes travaux.

## **RÉSUMÉ**

---

Le développement d'une nouvelle technique de mélange ainsi que des essais avec des nouveaux lubrifiants ont été réalisés afin d'améliorer les propriétés des mélanges et des pièces produites par le procédé de métallurgie des poudres (M/P). Un mélangeur à fluidisation mécanique rarement employé en M/P a été utilisé afin de comparer les propriétés obtenues avec un tel mélangeur comparativement à un mélangeur standard de type double cône. Les propriétés comme l'écoulement, la densité apparente, la compressibilité, la résistance à vert et les forces d'éjection ont été mesurées. Comme ce mélangeur est beaucoup plus énergétique qu'un mélangeur conventionnel de type double, il a été décidé d'explorer l'emploi d'une plus faible quantité de lubrifiant conventionnel (stéarate de zinc et éthylènebisstéramide). En plus des propriétés propres à un mélange, l'effet direct du mélangeur sur les particules au niveau de la morphologie et de la granulométrie a été considéré afin de connaître les changements occasionnés par ce dernier et d'expliquer les résultats obtenus au niveau des propriétés des mélanges.

Un nouveau lubrifiant, PS-1000B, utilisé a la particularité qu'il s'emploie en moindre quantité que les lubrifiants conventionnels. Ainsi, il était attendu qu'il permettrait une amélioration de l'ensemble des propriétés. La mesure des propriétés a confirmé cette hypothèse, mais pour ce faire des conditions de mélange bien précises ont dû être employées. Pour parvenir à développer des conditions de mélange optimales, il a fallu

étudier différents paramètres de mélange tel que le type de mélangeur (double cône comparativement à un mélangeur à fluidisation mécanique), l'utilisation de couteaux à haute vitesse avec le mélangeur à fluidisation mécanique, l'ajout d'un additif favorisant l'écoulement des mélanges. Le meilleur compromis de propriétés obtenu avec une quantité de 0,3% de ce nouveau lubrifiant est un écoulement de 28,4 sec/50g, une densité apparente de 3,27 g/cm<sup>3</sup>, une densité de 7,19 g/cm<sup>3</sup> pour une pression de compaction de 689 MPa (50 tsi) et une résistance à vert de 7,40 MPa (1074 psi) pour une densité de 6,80 g/cm<sup>3</sup>. Dans certaines conditions de mélange, ce nouveau lubrifiant a agi comme un liant temporaire réduisant ainsi l'émission de poussières. De plus, le fait que ce dernier agisse comme un liant favorise la réduction des problèmes de ségrégation rencontrés lors de la manipulation des mélanges de poudres. Les propriétés des pièces frittées ont également été mesurées ainsi que le comportement de ce nouveau lubrifiant lors du frittage.

Un autre lubrifiant, le Métallocenwax, a également été expérimenté afin de comparer et d'évaluer les bénéfices de l'utilisation du PS-1000B. Par conséquent, les diverses propriétés des mélanges réalisés avec ce lubrifiant ont été évaluées et comparées avec celles obtenues avec les lubrifiants conventionnels et le PS-1000B. De plus, le mélangeur à fluidisation mécanique a été utilisé lors de l'élaboration des mélanges contenant ce lubrifiant. Ce lubrifiant a permis d'obtenir des résultats inégalés au niveau de la résistance à vert, car il a été possible d'obtenir une valeur de 10,47 MPa (1519 psi) pour une densité de 6,80 g/cm<sup>3</sup> alors que la valeur pour un mélange standard était de 6,18 MPa (896 psi).

Suite aux travaux réalisés sur le développement d'une nouvelle technique de mélange et aux essais avec des nouveaux lubrifiants, il a été décidé d'explorer l'utilisation de liant. Les liants ont pour but de lier les fines particules aux plus grosses particules de sorte que la ségrégation est réduite ou même éliminée tout comme l'émission de poussières. Deux méthodes d'introduction différentes ont été utilisées : méthode d'introduction solide et la méthode nécessitant la vaporisation d'une solution contenant le liant. Les propriétés ont été évaluées et il a été possible de comparer l'emploi d'un liant par rapport à l'utilisation d'un lubrifiant dans un mélange tant au niveau de la réduction de l'émission de poussières que l'ensemble des propriétés reliées à un mélange de poudres.



**ABSTRACT**

---

The development of a new mixing technique and trials with new lubricants was realized in order to improve the properties of the mixes and the parts produced by the powder metallurgy process (P/M). A mechanical fluidization mixer was used to compare the properties obtained with this mixer and a standard mixer, like a double cone which is widely used in the P/M industry. Properties such as flow, apparent density, compressibility, green strength and ejection forces were measured. This mechanical fluidization mixer is more energetic than a double cone mixer and for that reason it was decided to explore the use of a smaller amount of conventional lubricants (zinc stearate and ethylenebissteramide). Furthermore, the direct effect of the mixer on the morphology and the granulometry of the particles were taken into consideration in order to discover the changes that the mixer brings about and to explain the properties measured.

The newly lubricant, PS-1000B, has the particularity that it can be used in smaller amounts than conventional lubricants. Consequently, it is believed that this new lubricant can improve all properties. The measurement of the properties demonstrated that it was possible to improve all the properties, but, it was necessary to use very precise mixing conditions. The development of optimum mixing conditions required a study of the effect of different mixing parameters, such as the kind of mixer (double cone mixer and mechanical fluidization mixer), the use of high speed choppers with the mechanical

fluidization mixer, the addition of an additive enhancing flow. In specific mixing conditions, this new lubricant acts like a temporary binder and decreases dust emission. Furthermore, the fact that this lubricant acts like a binder reduces the segregation problem that occurs during handling of the powder mixes. Properties of sintered parts and the behaviour of the lubricant during sintering were also evaluated.

Another lubricant, the Metallocenwax, was tested. Consequently, the different properties of the mixes obtained with this lubricant were evaluated and compared with those obtained with conventional lubricants and PS-1000B. Furthermore, the mechanical fluidization mixer was used during the elaboration of the mixes containing that lubricant.

As a result of the work realized on the development of a new mixing technique and trials with new lubricants, it was decided to explore the use of a binder in iron powder mixes. Binders are used to bind the fine particles with the larger particles in order to reduce or to avoid segregation and, at the same time, dusting. Two different methods for introducing binders were used: the solid binding process and the process of the vaporization of a solution containing the binder. The properties were evaluated and it was then possible to compare the use of a binder as a lubricant for the reduction of dusting and, also all the properties related to powder mix.

## TABLE DES MATIÈRES

---

REMERCIEMENTS.....	iv
RÉSUMÉ .....	vi
ABSTRACT.....	ix
TABLE DES MATIÈRES .....	xi
LISTE DES FIGURES .....	xvi
LISTE DES TABLEAUX.....	xxiii
INTRODUCTION .....	1
Chapitre 1 – Revue de la littérature .....	4
1.1 Obtention de pièces par métallurgie des poudres.....	4
1.1.1 Production de la poudre de base .....	4
1.1.2 Élaboration des mélanges de poudres d'acier.....	7
1.1.3 Pressage des comprimés.....	9
1.1.4 Frittage des comprimés .....	10
1.2 Propriétés reliées à des mélanges de poudres d'acier .....	10
1.2.1 Écoulement.....	11
1.2.2 Densité apparente.....	12
1.2.3 Compressibilité des poudres .....	13

1.2.4. Résistance à vert.....	15
1.2.5 Éjection des pièces .....	17
1.2.5.1 Description du phénomène d'éjection .....	18
1.2.5.2 L'usure des matrices .....	20
1.2.6 Problèmes associés à des mélanges de poudres .....	23
1.3 L'utilisation de lubrifiants dans des mélanges de poudres métalliques .....	24
1.3.1 Les lubrifiants conventionnels .....	27
1.3.2 Les effets néfastes associés à l'utilisation de lubrifiants .....	29
1.4 Influence de la température sur le comportement des lubrifiants.....	36
1.5 Lubrifiants polymériques et liants .....	43
1.5.1 Lubrifiants polymériques .....	43
1.5.2 Élaboration de poudres enrobées à l'aide de liants.....	48
1.5.3. Système liant-lubrifiant polymérique.....	54
1.5.4. Utilisation de plastifiants .....	55
1.6 Comportement des lubrifiants lors du frittage.....	56
 Chapitre 2 – Procédures expérimentales.....	 61
2.1 Élaboration de mélanges expérimentaux.....	61
2.2 Type de mélangeurs employés pour la conception des mélanges .....	62
2.3 Mesure des propriétés physiques et mécaniques .....	65
2.3.1 Mesure de l'écoulement.....	66
2.3.2 Mesure de la densité apparente .....	66
2.3.3 Mesure de la compressibilité.....	67
2.3.4 Mesure de la résistance à vert .....	67
2.3.5 Mesure de la quantité de carbone.....	68

2.3.6 Mesure de la résistance au poussierage.....	69
2.3.7 Mesure des forces d'éjection .....	71
2.3.8 Détermination et reconstruction de granulométries .....	71
2.4 Caractérisation microstructurale.....	73
2.5 Calorimétrie différentielle à balayage et analyse thermogravimétrique.....	73
 Chapitre 3 – Étude de différents paramètres de mélange sur les propriétés physiques et mécaniques des lubrifiants conventionnels .....	 75
3.1 Introduction : .....	75
3.2 Élaboration de mélanges avec le mélangeur à fluidisation mécanique .....	76
3.2.1 Mesure de l'écoulement.....	78
3.2.2 Mesure de la densité apparente .....	80
3.2.3 Mesure de la compressibilité.....	84
3.2.4 Mesure de la résistance à vert .....	88
3.2.5 Mesure des forces d'éjection .....	92
3.3 Homogénéité des mélanges .....	97
3.4. Effet des socs sur la poudre de base .....	102
3.4.1 Effet des socs sur la granulométrie .....	102
3.4.2 Effet des socs sur la morphologie des particules .....	105
3.5. Effet des couteaux à haute vitesse sur la poudre de base .....	115
3.5.1 Effet des couteaux à haute vitesse sur la granulométrie .....	115
3.5.2 Effet des couteaux à haute vitesse sur la morphologie .....	121
3.6. Conclusions .....	128

Chapitre 4 – Étude des propriétés physiques et mécaniques pour des mélanges de poudres utilisant un nouveau lubrifiant .....	130
4.1 Introduction .....	130
4.2 Les différents paramètres étudiés .....	131
4.3 Caractérisation du nouveau lubrifiant PS-1000B .....	133
4.4 Le PS-1000B mélangé avec un mélangeur double cône .....	135
4.4.1 Mesure d'écoulement .....	138
4.4.2 Mesure de la densité apparente .....	140
4.4.3 Mesure de la compressibilité.....	141
4.4.4 Mesure de la résistance à vert .....	145
4.4.5 Mesure des forces d'éjection.....	147
4.5 Le PS-1000B mélangé avec un mélangeur à fluidisation mécanique .....	151
4.5.1 Mesure de l'écoulement .....	154
4.5.2 Mesure de la densité apparente .....	157
4.5.3 Mesure de la compressibilité.....	159
4.5.4 Mesure de la résistance à vert .....	161
4.6 Comparaison entre le PS-1000B et le ZnSt.....	164
4.7 Introduction d'un agent favorisant l'écoulement .....	170
4.8 Développement d'une nouvelle méthode de mélange afin d'être en mesure d'utiliser le PS-1000B avec un mélangeur double cône.....	174
4.9 Combinaison de différents paramètres de mélange et emploi du PS-1000B comme liant temporaire .....	179
4.9.1 Mesure d'écoulement pour des mélanges contenant du PS-1000B et réalisés dans diverses conditions.....	181
4.9.2 Mesure de la densité apparente pour des mélanges contenant du PS-1000B et réalisés dans diverses conditions .....	182

4.9.3 Mesure de la compressibilité pour des mélanges contenant du PS-1000B et réalisés dans diverses conditions .....	184
4.9.4 Mesure de la résistance à vert des mélanges contenant du PS-1000B et réalisés dans diverses conditions.....	186
4.9.5 Mesure de la résistance à l'émission de poussières pour des mélanges contenant du PS-1000B et réalisés dans diverses conditions.....	187
4.9.6 Mesure des forces d'éjection pour des mélanges contenant du PS-1000B et réalisés dans diverses conditions.....	189
4.10 Comportement du PS-1000B lors du frittage .....	192
4.11 Conclusions .....	195
Chapitre 5 – Essais avec d'autres lubrifiants et liants.....	201
5.1 Introduction .....	201
5.2 Essai avec le Métallocenwax .....	202
5.3 Essais de liantage.....	208
5.3.1 Résultats obtenus avec le Binder-102 .....	210
5.3.2 Résultats obtenus avec le Butvar .....	216
5.4 Conclusions .....	220
CONCLUSIONS.....	222
RÉFÉRENCES .....	232

## **LISTE DES FIGURES**

---

Figure 1.1 :	Schéma du procédé Domfer (ASM 1984).....	5
Figure 1.2 :	Mélangeur généralement utilisé en métallurgie des poudres a) cylindre rotatif, b) cube rotatif, c) double cône et d) mélangeur en V (German, 1994).....	8
Figure 1.3 :	Différentes propriétés en fonction de la densité (German, 1994).....	14
Figure 1.4 :	Variation de la résistance à vert en fonction de la teneur en fines particules (Suh et al. 1991).....	16
Figure 1.5 :	Schéma montrant les interactions entre le comprimé et les parois de la matrice lors de l'étape de pressage (Ferguson, 1990).....	19
Figure 1.6 :	Force d'éjection et taux d'usure en fonction du nombre de comprimés pour différents lubrifiants (Bockstiegel et al., 1971).....	22
Figure 1.7 :	Densité à vert et forces d'éjection obtenues en fonction de la quantité de lubrifiant (Lenel, 1981).....	26
Figure 1.8 :	Écoulement de la poudre en fonction de la quantité de lubrifiant.....	30
Figure 1.9 :	Effet de la quantité de lubrifiant sur la densité à vert (German, 1994).....	31



Figure 1.10 : Graphique idéalisé de la variation de la densité en fonction de la pression appliquée (German, 1994).....	32
Figure 1.11 : Densité apparente en fonction du temps de mélange et de la quantité de lubrifiant (EBS) utilisée (Suh, 1991).....	33
Figure 1.12 : a) Image en électrons secondaires b) cartographie du carbone obtenue par spectrométrie en sélection des longueurs des rayons X (WDS) d'une pièce pressée à 690 MPa (50 tsi) (Gagné, 1997).....	34
Figure 1.13 : Influence de la température sur le coefficient de friction entre la poudre et les parois pour le stéarate de lithium (Thomas et al., 1997).....	38
Figure 1.14 : Courbe d'éjection typique avec PTC.....	39
Figure 1.15 : Images prises au microscope électronique en balayage au centre d'une pièce pressée à 690 MPa (50 tsi) a) à la température ambiante et b) à 150°C (Gagné et al., 1998).....	42
Figure 1.16 : Résistance à vert en fonction de la densité et de la quantité de Lubrifiant (Chagnon, 1994).....	45
Figure 1.17 : Mécanismes de liaison des liants polymériques (Luk, 2000).....	53
Figure 1.18 : Analyse thermogravimétrique illustrant le comportement de deux lubrifiants lors du frittage a) ZnSt et b) EBS (Hwang et al., 1992).....	60
Figure 2.1 : Mélangeur double cône utilisé pour la conception des mélanges.....	62

Figure 2.2 : Mélangeur à fluidisation mécanique utilisé pour l'élaboration de mélanges.....	63
Figure 2.3 : Intérieur du mélangeur à fluidisation mécanique.....	64
Figure 2.4 : Montage expérimental employé pour mesurer la résistance au poussierage.....	70
Figure 2.5 : a) Montage avant l'essai de poussierage b) Essai de poussierage en cours.....	70
Figure 3.1 : Écoulement pour divers temps de mélange dans les mélangeurs à fluidisation mécanique et double cône a) 0,75% ZnSt, b) 0,55% ZnSt, 0,75% EBS et 0,55% EBS.....	79
Figure 3.2 : Densité apparente pour divers temps de mélange dans les mélangeurs à fluidisation mécanique et double cône a) 0,75% ZnSt, b) 0,55% ZnSt, 0,75% EBS et 0,55% EBS.....	81
Figure 3.3 : Courbes de compressibilité pour les mélanges contenant 0,75% ZnSt.....	84
Figure 3.4 : Courbes de compressibilité montrant le gain obtenu avec 0,55% ZnSt comparativement à 0,75% ZnSt.....	85
Figure 3.5 : Courbes de compressibilité pour les mélanges contenant 0,75% EBS.....	85
Figure 3.6 : Courbes de compressibilité montrant le gain obtenu avec 0,55% EBS comparativement à 0,75% EBS.....	86

Figure 3.7 : Résistance à vert pour les mélanges avec 0,75% ZnSt.....	89
Figure 3.8 : Résistance à vert pour les mélanges avec 0,75% EBS.....	89
Figure 3.9 : Effet de la quantité de lubrifiant sur la résistance à vert.....	91
Figure 3.10 : Mesure des pics d'éjection pour les mélanges avec du ZnSt et de l'EBS.....	93
Figure 3.11 : Mesure de la force moyenne d'éjection pour les mélanges avec du ZnSt et de l'EBS.....	94
Figure 3.12 : Échantillonnage d'un mélange réalisé avec le mélangeur à fluidisation mécanique.....	98
Figure 3.13 : Granulométrie obtenue pour différents temps de mélange dans le mélangeur à fluidisation mécanique.....	103
Figure 3.14 : Poudre de base avant d'être mélangé dans le mélangeur à fluidisation mécanique.....	112
Figure 3.15 : Poudre de base mélangée pendant 16 minutes dans le mélangeur à fluidisation mécanique.....	113
Figure 3.16 : Granulométrie obtenue pour différents temps de mélange dans le mélangeur à fluidisation mécanique lorsque les couteaux à haute vitesse étaient en fonction.....	117

Figure 3.17 : Comparaison de la granulométrie des mélanges réalisés dans le mélangeur à fluidisation mécanique lorsque les couteaux à haute vitesse étaient ou pas utilisés.....	119
Figure 3.18 : Poudre de base mélangée dans le mélangeur à fluidisation mécanique avec les couteaux à haute vitesse.....	125
Figure 3.19 : Poudre de base mélangée dans le mélangeur à fluidisation mécanique avec les couteaux à haute vitesse.....	126
Figure 4.1 : DSC réalisé sur le PS-1000B.....	134
Figure 4.2 : Écoulement des mélanges réalisés avec différentes quantités de PS-1000B dans un mélangeur double cône.....	139
Figure 4.3 : Courbes de compressibilité pour les mélanges de MP32.....	141
Figure 4.4 : Courbes de compressibilité pour les mélanges de MP35sp2.....	142
Figure 4.5 : Résistance à vert pour les mélanges de MP32 mélangés dans un double cône.....	146
Figure 4.6 : Mesure des pics d'éjection obtenus avec les mélanges de MP32.....	148
Figure 4.7 : Mesure des pics d'éjection obtenus avec les mélanges de MP35sp2.....	148
Figure 4.8 : Comparaison des temps d'écoulement pour le ZnSt, l'EBS et le PS-1000B.....	155

Figure 4.9 : Comparaison de la densité apparente pour le ZnSt, l'EBS et le PS-1000B.....	158
Figure 4.10 : Compressibilité des mélanges de MP35 contenant du PS-1000B mélangés dans le mélangeur à fluidisation mécanique.....	160
Figure 4.11 : Résistance à vert des mélanges de MP35 contenant du PS-1000B mélangés dans le mélangeur à fluidisation mécanique.....	161
Figure 4.12 : Comparaison entre les pics d'éjection du PS-1000B et du ZnSt.....	166
Figure 4.13 : Comparaison entre les forces moyennes d'éjection du PS-1000B et du ZnSt.....	167
Figure 4.14 : Comparaison des forces moyennes d'éjection pour des mélanges contenant 0,3% PS-1000B mélangé dans un mélangeur à fluidisation mécanique ou selon la méthode du mélange préliminaire.....	177
Figure 4.15 : Écoulement des mélanges réalisés avec du PS-1000B dans différentes conditions.....	181
Figure 4.16 : Densité apparente des mélanges réalisés avec du PS-1000B dans différentes conditions.....	183
Figure 4.17 : Compressibilité des mélanges réalisés avec du PS-1000B dans différentes conditions.....	185
Figure 4.18 : Résistance à vert des mélanges réalisés avec du PS-1000B dans différentes conditions.....	186

Figure 4.19 : Mesure de l'émission de poussières des mélanges réalisés avec le PS-1000B dans différentes conditions.....	188
Figure 4.20 : Mesure de la force moyenne d'éjection des mélanges réalisés avec le PS-1000B dans différentes conditions.....	190
Figure 4.21 : Analyse thermogravimétrique effectuée sur le lubrifiant PS-1000B.....	193
Figure 5.1 : Mesures des pics d'éjection pour des mélanges avec du ZnSt, du PS-1000B et le Binder-102.....	213
Figure 5.2 : Mesures des forces moyennes d'éjection pour des mélanges avec du ZnSt, du PS-1000B et le Binder-102.....	214

## **LISTE DES TABLEAUX**

---

Tableau 1.1 : Facteurs influençant l'usure des matrices lors du pressage de poudre.....	21
Tableau 1.2 : Effet de deux lubrifiants conventionnels sur les propriétés d'un mélange de poudres (German, 1986).....	27
Tableau 3.1 : Mélanges réalisés et paramètres de mélange.....	77
Tableau 3.2 : Granulométrie de la poudre utilisée pour démontrer l'efficacité du mélangeur à fluidisation mécanique.....	78
Tableau 3.3 : Mesure de la granulométrie pour un mélange de MP35 contenant 1% graphite, 2% cuivre et 0,3% ZnSt mélangé dans le mélangeur à fluidisation mécanique pendant 4 minutes.....	100
Tableau 3.4 : Mesure de la granulométrie pour un mélange de MP35 contenant 1% graphite, 2% cuivre et 0,75% ZnSt mélangé dans le mélangeur double cône pendant 15 minutes.....	101
Tableau 3.5 : Mesures de granulométrie effectuées sur de la poudre MP35 ayant été mélangé dans le mélangeur à fluidisation mécanique selon différents temps.....	103
Tableau 3.6 : Granulométrie ayant servi à démontrer le changement de morphologie.....	106

Tableau 3.7 : Propriétés pour des mélanges ayant une même granulométrie mais temps de mélange différents .....	107
Tableau 3.8 : Différence au niveau de la densité apparente pour diverses séries d'essais.....	108
Tableau 3.9 : Différence au niveau de la résistance à vert pour diverses séries d'essais.....	110
Tableau 3.10 : Mesure de la sphéricité des particules mélangées dans un mélangeur double cône et dans un mélangeur à fluidisation mécanique.....	114
Tableau 3.11 : Mesures de granulométrie effectuées sur de la poudre MP35 ayant été mélangé dans le mélangeur à fluidisation mécanique selon différents temps et où les couteaux à haute vitesse étaient en fonction.....	116
Tableau 3.12 : Comparaison des variations granulométriques entre des mélanges réalisés avec et sans l'utilisation des couteaux à haute vitesse pendant 16 minutes.....	118
Tableau 3.13 : Comparaison des variations granulométriques entre des mélanges réalisés avec et sans l'utilisation des couteaux à haute vitesse pendant 4 minutes.....	120
Tableau 3.14 : Mesures des différentes propriétés pour des mélanges ayant une même granulométrie mais des temps de mélange différents avec les couteaux à haute vitesse (3000RPM).....	122



Tableau 3.15 : Différence au niveau de la densité apparente pour diverses séries d'essais.....	123
Tableau 3.16 : Comparaison des pertes de résistance à vert pour les mélanges réalisés avec et sans l'utilisation des couteaux à haute vitesse.....	124
Tableau 3.17 : Mesure de sphéricité pour différents mélanges.....	127
Tableau 4.1 : Propriétés des poudres utilisées.....	132
Tableau 4.2 : Mélanges réalisés dans un mélangeur double cône et propriétés obtenues.....	137
Tableau 4.3 : Écart de densité apparente par rapport à un même mélange avec 0,75% ZnSt.....	140
Tableau 4.4 : Gains obtenus au niveau de la compressibilité avec l'emploi du PS-1000B.....	143
Tableau 4.5 : Granulométrie des poudres utilisées (% poids).....	143
Tableau 4.6 : Résultats obtenus avec le PS-1000B dans le mélangeur à fluidisation mécanique pour différents temps de mélange.....	153
Tableau 4.7 : Comparaison du temps d'écoulement entre le PS-1000B, le ZnSt et l'EBS en fonction de la granulométrie de la poudre de base.....	156
Tableau 4.8 : Comparaison entre le PS-1000B et le ZnSt pour une quantité de 0,3%.....	165

Tableau 4.9 : Résultats obtenus avec l'ajout d'un agent favorisant l'écoulement.....	171
Tableau 4.10 :Résumé des résultats importants obtenus avec une réduction de lubrifiant.....	173
Tableau 4.11 :Résultats obtenus pour des mélanges réalisés à partir d'un mélange préliminaire.....	175
Tableau 4.12 :Résultats obtenus lors de la combinaison de différents paramètres de mélange.....	180
Tableau 4.13 :Mesure de la résistance après frittage obtenue avec le ZnSt et le PS-1000B.....	194
Tableau 4.14 :Résumé des résultats importants obtenus au cours des chapitres 3 et 4.....	200
Tableau 5.1 : Résultats obtenus avec le Métallocenwax et le mélangeur à fluidisation mécanique.....	203
Tableau 5.2 : Gains obtenus au niveau de la résistance à vert avec le Métallocenwax .....	206
Tableau 5.3 : Granulométrie de la poudre de base utilisée pour réaliser les essais avec le Binder-102 et le Butvar.....	210
Tableau 5.4 : Résultats obtenus avec le liant Binder-102.....	211
Tableau 5.5 : Propriétés mesurées pour un mélange contenant le liant Butvar.....	217

Tableau 6.1 : Résumé de l'ensemble des résultats importants .....	230
---	-----

## **INTRODUCTION**

---

La métallurgie des poudres est un procédé qui permet l'obtention de pièces à géométrie complexe et près des cotes finales. Au cours des dernières années, les applications reliées au procédé de la métallurgie des poudres sont devenues plus nombreuses et plus complexes avec une demande continue d'une augmentation des propriétés mécaniques. Généralement, les demandes de l'industrie de la métallurgie des poudres se situent au niveau de l'amélioration de l'écoulement, de la densification, de la réduction de la ségrégation et de l'augmentation de la résistance à vert. Par conséquent, les fournisseurs de poudres doivent trouver des façons d'améliorer ces propriétés.

Une façon qui permettrait possiblement l'optimisation de chacune de ces propriétés consiste à diminuer la quantité de lubrifiant utilisée dans un mélange de poudres. Cependant, les lubrifiants actuellement utilisés ne permettent pas une telle diminution à cause des forces d'éjection trop élevées et de l'endommagement possible des matrices que cette diminution entraînerait. Devant ces considérations, il y a deux possibilités qui peuvent permettre une réduction de la quantité de lubrifiant dans un mélange de poudres: 1) développement d'un nouveau lubrifiant pouvant être employé en quantité moindre et donnant des forces d'éjection similaires aux lubrifiants conventionnels ou 2) mélanger le lubrifiant avec la poudre d'une manière plus efficace ce qui permettrait peut-être une réduction de la quantité de lubrifiant. Ce travail a permis d'explorer ces deux

avenues afin de diminuer la quantité de lubrifiant requise dans un mélange de poudres et ainsi améliorer l'ensemble des propriétés physiques et mécaniques.

Le premier chapitre de ce mémoire est une revue de la littérature traitant du procédé d'élaboration des pièces en métallurgie des poudres, des propriétés associées à des mélanges de poudres d'acier ainsi que de l'utilisation et le comportement des lubrifiants à différentes étapes du procédé. Il est également question au chapitre 1, d'une tendance récente employée en métallurgie des poudres : l'utilisation de lubrifiant polymérique et/ou de liants. Le chapitre 2 décrit les équipements utilisés pour l'élaboration des divers mélanges ainsi que les procédures expérimentales employées lors de l'évaluation des diverses propriétés physiques et mécaniques rattachées aux mélanges élaborés.

Le chapitre 3 présente les résultats obtenus avec l'utilisation d'un mélangeur à fluidisation mécanique comparativement à un mélangeur double cône. Les effets de divers paramètres de mélange avec le mélangeur à fluidisation mécanique au niveau des propriétés ont été étudiés afin de parvenir à optimiser la qualité des mélanges. Les différents paramètres étudiés étaient la vitesse de rotation des couteaux, le temps de mélange et l'utilisation de couteaux à haute vitesse.

Le chapitre 4 traite de l'utilisation d'un nouveau lubrifiant, le PS-1000B, qui pourrait être utilisé en quantité moindre que les lubrifiants conventionnels. Le développement de ce lubrifiant a été réalisé conjointement avec la compagnie Apex Advanced Technologies.

De plus, ce lubrifiant, dans certaines conditions de mélange bien précises, peut agir comme liant temporaire. Ainsi, les différents résultats obtenus avec ce lubrifiant sont présentés. L'effet du type de mélangeur sur ce nouveau lubrifiant a également été étudié. Il est à noter que certains de ces résultats ont été présentés dans le cadre de la conférence internationale sur la métallurgie des poudres de 2002 à Orlando.

Le chapitre 5 présente les résultats obtenus avec un autre lubrifiant non conventionnel disponible sur le marché, c'est-à-dire le Métallocenwax. Il est également question dans ce chapitre des propriétés mesurées pour des mélanges réalisés avec deux liants différents. Il est à noter que dans le cas des liants, deux méthodes différentes d'introduction ont été expérimentées. Finalement, les principales contributions de ce travail sont mentionnées dans la conclusion.

## CHAPITRE 1

### REVUE DE LA LITTÉRATURE

---

#### ***1.1 Obtention de pièces par métallurgie des poudres***

Le procédé de métallurgie des poudres se compose de plusieurs étapes précédant l'obtention d'une pièce finale. En effet, il y a principalement 4 grandes étapes : la production de la poudre de base, le mélange avec les divers additifs, le pressage des pièces et le frittage. Il est à noter que le frittage peut être suivi par des opérations secondaires comme l'usinage. Les grandes étapes de ce procédé sont d'ailleurs détaillées dans les sections subséquentes.

##### **1.1.1 Production de la poudre de base**

Il existe plusieurs méthodes permettant la fabrication de poudres métalliques. En effet, ces méthodes peuvent être mécaniques comme le broyage, chimiques telles que les techniques électrolytiques et la réduction d'oxyde ou physiques regroupant l'atomisation à l'eau, au gaz ou par centrifugation. Il est à noter que la grande majorité des poudres utilisées à grande échelle est produite par atomisation. Le procédé Domfer utilisant la combinaison de deux méthodes, réduction et atomisation, est décrit étant donné que les

poudres de base utilisées dans le cadre de ce projet ont été élaborées de cette façon. Par conséquent, la figure 1.1 illustre le schéma du procédé Domfer (ASM, 1984).

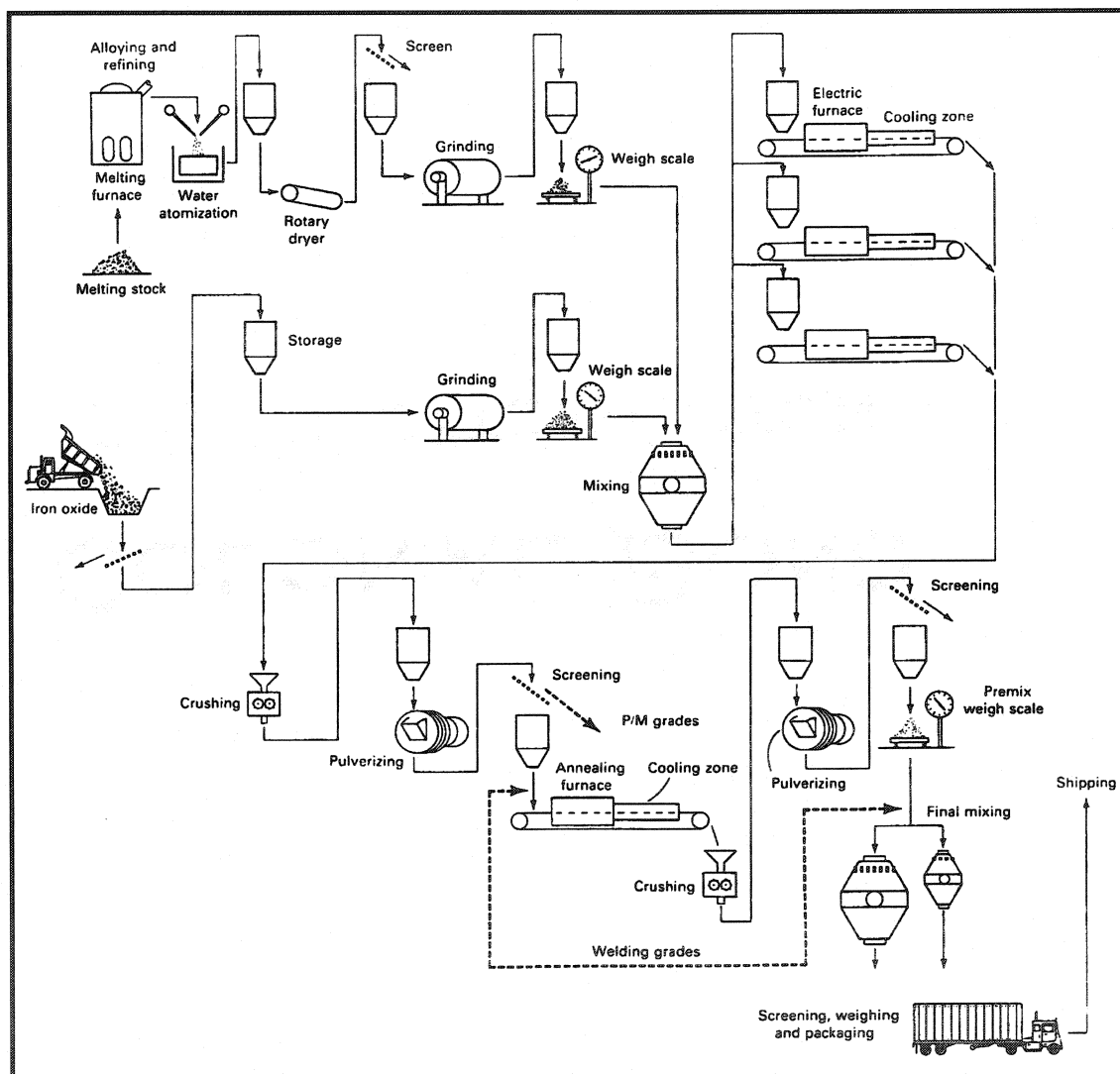


Figure 1.1 : Schéma du procédé Domfer (ASM 1984)

Tout d'abord, un four d'induction d'une capacité de 12,7 tonnes métriques est chargé de ferraille d'acier à laquelle est ajoutée du graphite afin d'augmenter le pourcentage de carbone autour de 3,5% ce qui a pour effet de diminuer le point de fusion du fer et de



permettre l'atomisation. Ainsi, une fonte liquide est obtenue et certains éléments d'addition comme le nickel et le molybdène peuvent être ajoutés sous forme de ferroalliages (ferromolybdène) ou de matériaux purs (nickel) afin d'obtenir des poudres préallliées. La fonte liquide est ensuite coulée dans une poche dans laquelle la scorie est enlevée. Le métal liquide est ensuite transféré dans un panier répartiteur muni d'orifices contrôlant la taille du jet nécessaire à l'atomisation.

La fonte liquide s'écoulant par les orifices est atomisée au moyen de jets d'eau très puissants ce qui donne de la grenaille de fonte. Il est à noter que la grenaille de fonte obtenue ne constitue pas le produit final contrairement aux autres procédés ayant recours à l'atomisation. Cette grenaille est envoyée dans des cyclones pour enlever l'excédant d'eau et séchée au moyen d'un séchoir rotatif. La grenaille ainsi obtenue est très fragile dû à sa teneur élevée en carbone ce qui fait en sorte qu'elle peut être broyée au moyen d'un broyeur à boulets.

La grenaille, une fois broyée, est mélangée avec de l'oxyde de fer. Ce mélange grenaille/oxyde de fer est ensuite acheminé dans un four donnant lieu à des réactions de décarburation et de réduction étant donné que le carbone présent dans la grenaille réagit avec l'oxygène contenu dans l'oxyde de fer. Lors de cette étape, le tout s'agglomère pour former un gâteau qui est refroidi avant sa sortie du four.

À sa sortie du four, le gâteau est réduit en poudre au moyen d'un broyeur par attrition et par la suite tamisé selon la granulométrie désirée. Une poudre plus pure peut alors être obtenue en passant la poudre dans un deuxième four opérant à une température relativement basse et dans une atmosphère d'ammoniac dissocié pour y subir un recuit. Le recuit a pour but de faire disparaître le durcissement causé par le broyage de la poudre décarburée et de réduire les teneurs en carbone et en oxygène. En effet, à la fin de cette étape, les teneurs en carbone et en oxygène sont inférieures à 0,04% et à 0,4% respectivement. Encore une fois, la poudre forme un gâteau, mais cette fois il est beaucoup plus mou. Il faut alors broyer et tamiser de nouveau la poudre. À la fin de ces opérations, la poudre de base est formée et elle est apte à être mélangée avec divers additifs.

### **1.1.2 Élaboration des mélanges de poudres d'acier**

Les poudres d'acier, une fois produites, sont mélangées avec différents additifs tels que du graphite, du cuivre et/ou du nickel et du lubrifiant. Le graphite est ajouté afin d'homogénéiser la teneur en carbone des poudres d'acier laquelle augmente la résistance des pièces frittées ainsi, la quantité ajoutée dépend des propriétés recherchées. Il est à noter que le graphite diffusera dans le fer lors de l'étape du frittage. Le cuivre et/ou le nickel sont ajoutés afin d'augmenter les propriétés mécaniques des pièces. Le rôle du lubrifiant quant à lui sera décrit en détail dans une section subséquente.

Généralement, les mélanges sont réalisés dans des contenants rotatifs tel qu'illustré à la figure 1.2. et le volume de poudre à l'intérieur du mélangeur détermine son efficacité (German, 1994). En effet, un mélangeur trop plein fera en sorte que le déplacement des particules de poudre sera pratiquement inexistant. Par conséquent, un volume de poudre occupant entre 20 et 40% de la capacité du mélangeur semble être la quantité optimale (German, 1994). De plus, le temps et l'intensité du mélange affectent les propriétés comme l'écoulement et la densité apparente (Lenel, 1981). Généralement, les temps de mélange varient entre 20 et 40 minutes.

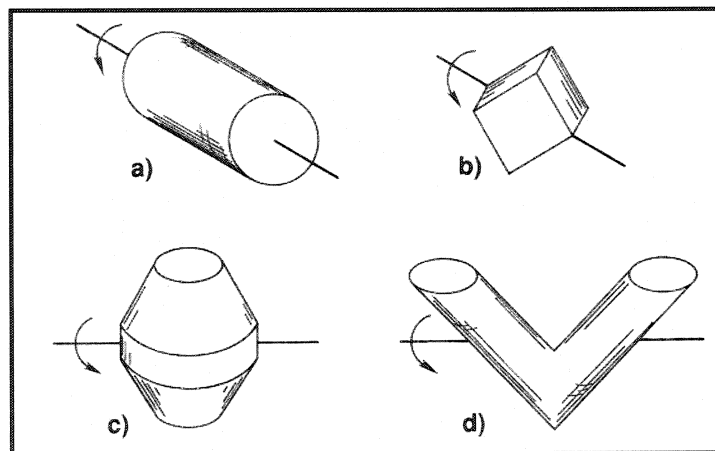


Figure 1.2 : Mélangeur généralement utilisé en métallurgie des poudres a) cylindre rotatif, b) cube rotatif, c) double cône et d) mélangeur en V (German, 1994)

La vitesse de rotation du mélangeur a également un effet important sur l'efficacité du mélange. Une rotation lente aura pour effet de prolonger le temps nécessaire pour atteindre un mélange adéquat alors qu'une vitesse de rotation trop rapide entraînera un effet centrifuge interférant avec l'écoulement de la poudre à l'intérieur du mélangeur. Il faut donc avoir un effet centrifuge faible, mais suffisamment élevée pour qu'il y ait de la

turbulence. En fait, la vitesse désirée est celle qui équilibrera la force gravitationnelle et la force centripète. La vitesse optimale  $N_o$  (en RPM) pour des mélangeurs cylindriques peut s'obtenir à l'aide de la formule suivante:

$$N_o = 32 / \sqrt{d} \quad \text{où } d \text{ est le diamètre du mélangeur en mètre}$$

La qualité des mélanges réalisés à ce point est très importante, car elle ne peut être corrigée par la suite. Il faut alors obtenir des mélanges les plus uniformes possible. Les hétérogénéités dans un mélange apparaissent sous forme de ségrégation, phénomène qui sera décrit ultérieurement.

### **1.1.3 Pressage des comprimés**

Après l'élaboration des mélanges, on passe au pressage des pièces. Au cours du pressage, la poudre est placée à l'intérieur d'une matrice ayant la forme des pièces à produire de sorte que les pièces obtenues sont près des cotes finales. Une pression est alors appliquée au moyen d'un poinçon glissant dans la matrice de pressage afin de densifier la pièce. Il est à noter que la pression de compaction est déterminée en fonction de la densité désirée et des dimensions des pièces. Il existe différents types de pressage : pressage uniaxe ou isostatique. Ces pressages peuvent être réalisés à la température ambiante ou à chaud.

#### **1.1.4 Frittage des comprimés**

À la suite du pressage, les pièces sont acheminées vers le four de frittage. Il est à noter qu'à ce point les pièces possèdent une résistance suffisante assurant la conservation de leur intégrité lors des étapes de manutention entre les presses et les fours de frittage. Au cours du frittage, le matériau se consolide dû à la formation de ponts entre les particules, ce qui se traduit par une augmentation graduelle de la résistance mécanique (German, 1994). Généralement, lors du frittage, on note un rétrécissement associé à la réduction de la porosité, une augmentation de la taille des pores et un arrondissement de la forme de ces derniers (German, 1994). Le frittage est effectué dans une atmosphère d'ammoniac dissocié ou dans un mélange d'azote et d'hydrogène et à une température de 1120°C (2050°F).

#### ***1.2 Propriétés reliées à des mélanges de poudres d'acier***

Il existe quelques propriétés servant à la caractérisation d'un mélange de poudres. En effet, les propriétés les plus importantes sont l'écoulement, la densité apparente, la compressibilité, la résistance à vert et les forces d'éjection. Cependant, il y a des problèmes qui sont associés aux mélanges et qu'il faut tenter d'éviter ou du moins minimiser. Ainsi, dans cette section, une description des différentes propriétés reliées à des mélanges est effectuée.

### 1.2.1 Écoulement

Cette caractéristique est définie comme le temps nécessaire pour qu'un échantillon de 50 grammes de poudres s'écoule totalement à travers un orifice standardisé. Par conséquent, l'écoulement donne une indication de la friction existante entre les particules. Ainsi, un temps d'écoulement élevé signifiera qu'il y a beaucoup de friction entre les particules et cette situation n'est pas souhaitable pour des raisons de productivité. En effet, des temps d'écoulement les plus courts possibles sont souhaités, car de cette façon le chargement de la matrice de pressage sera plus rapide et du même coup le taux de production sera plus élevé. La forme et la taille des particules ont une influence sur l'écoulement de la poudre. Les particules de forme sphérique offrent un meilleur écoulement que les particules de forme irrégulière. Cette affirmation est basée sur le fait que les poudres atomisées de forme sphérique donnent un meilleur écoulement que les poudres produites par voie électrolytique en forme de flocons (Adler, 1969). Par conséquent, les particules de forme irrégulière donnent un temps d'écoulement plus élevé étant donné que la friction entre les particules est plus grande. De plus, comme la friction est fonction de la surface spécifique, il est normal que la poudre ayant une plus grande surface spécifique (forme irrégulière) entraîne plus de friction et par le fait même un temps d'écoulement plus long (Adler, 1969). Ceci s'applique également aux petites particules et c'est pourquoi leur écoulement est plus difficile que les grosses particules.

### 1.2.2 Densité apparente

La densité apparente correspond à la quantité de poudre dans un volume donné (autour de  $25 \text{ cm}^3$ ) lorsque la poudre est en vrac. Une densité apparente la plus élevée possible est désirée pour des raisons d'outillage. En effet, une faible densité apparente signifie que la hauteur atteinte par la poudre à l'intérieur de la matrice est élevée. En d'autres mots, on ne désire pas qu'il faille 5 cm de poudre pour produire une pièce de 1 cm d'épaisseur, car ceci signifie un parcours plus long lors du pressage et donc plus de frottement à l'intérieur de la matrice. Le fait d'avoir plus de frottement à l'intérieur de la matrice peut résulter en une usure prématurée de la matrice.

La densité apparente dépend de la taille, de la forme et de la surface des particules de poudre (German, 1989). Les grosses particules favorisent l'obtention d'une densité apparente plus élevée contrairement aux petites particules. Des bonnes densités apparentes sont obtenues avec une distribution optimale de petites particules et de grosses de sorte que les petites particules puissent s'insérer dans les interstices formés par les plus grosses. De plus, des particules ayant une forme régulière (sphère) et lisse favorisent l'obtention d'une densité apparente élevée, car la friction entre les particules est moindre dans ce cas.

### 1.2.3 Compressibilité des poudres

La compressibilité de la poudre peut être définie de deux façons : 1) en terme de densité obtenue pour une pression de compaction donnée (415 MPa ou 30 tsi) ou 2) sous forme de pression de compaction nécessaire à l'obtention d'une densité donnée. En d'autres mots, la compressibilité d'une poudre est sa facilité à se déformer et à se densifier suite à l'application d'une charge. Cette propriété doit donc être optimisée de sorte qu'une densité la plus élevée possible soit obtenue avec une pression minimale. Or, la densité influence grandement les performances d'une pièce produite par métallurgie des poudres tout comme la microstructure et la composition finale (James et al., 1992).

La densité a une influence directe sur l'ensemble des propriétés telles que la limite d'élasticité, la résistance à la rupture, la ductilité, la ténacité et la résistance à la fatigue et ce de façon exponentielle comme le démontre la figure 1.3 (German, 1994). En effet, des faibles gains au niveau de la densité conduisent à une augmentation significative des propriétés des pièces.



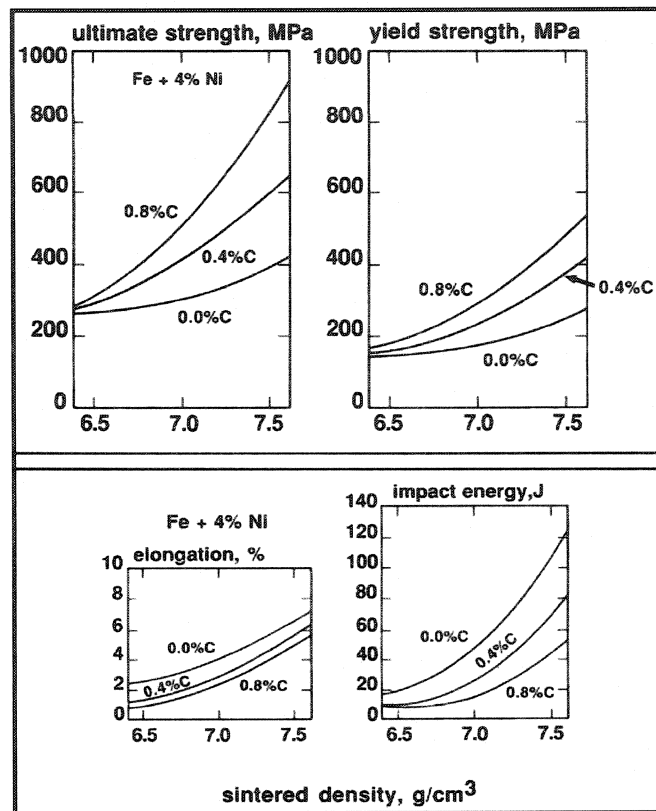


Figure 1.3 : Différentes propriétés en fonction de la densité (German, 1994)

La taille et la forme des particules influencent la compressibilité, car elles contrôlent la friction entre les particules et la taille des pores (German, 1989). Les grosses particules permettent l'obtention de densités élevées et ce peu importe la pression de compaction. À l'inverse, les petites particules sont plus difficiles à presser étant donné leur plus grand nombre de points de contact, leur écrasement plus grand et les concentrations de contraintes plus élevées qui se créent autour des petits pores. Cependant, il a été démontré qu'une large distribution au niveau de la taille des particules augmentait la densité des comprimés (Koerner, 1971).

#### 1.2.4. Résistance à vert

La résistance à vert est une des propriétés importantes en métallurgie des poudres. Lors du pressage, les particules sont soudées à froid grâce à la friction et/ou sont imbriquées les unes aux autres. Cette résistance détermine la possibilité de manipuler les pièces entre les étapes de pressage et de frittage sans qu'elles soient brisées ou endommagées. De plus, la pièce doit résister à l'étape d'éjection hors de la matrice au cours de laquelle les forces de frottement peuvent être suffisamment élevées pour fissurer la pièce.

Une résistance à vert élevée est caractérisée par le nombre de contacts formés entre les particules au cours du pressage. En effet, plus il y a de contacts entre les particules plus la résistance à vert est élevée, d'ailleurs c'est pour cette raison que les petites particules favorisent l'atteinte de résistances à vert élevées. Cependant, comme il a été mentionné précédemment, les petites particules ne permettent pas d'atteindre des densités élevées ce qui fait qu'un compromis doit être fait entre ces deux propriétés (granulométrie optimale). Les particules irrégulières et rugueuses favorisent également l'obtention de résistances à vert élevées puisqu'elles permettent des ancrages mécaniques entre elles.

Une étude a démontré que lors du processus de pressage, il y a deux phénomènes compétitifs qui se produisent avec l'ajout de petites particules: la friction et l'ancrage entre les particules (Suh et al., 1991). Jusqu'à 10% de fines particules, la friction entre les particules surpasse l'ancrage entre les grosses et les petites particules signifiant qu'une

telle quantité de fines n'est pas suffisante pour remplir totalement les interstices entre les grosses particules. Par conséquent, ceci provoque seulement une augmentation de la friction entre les particules laquelle conduit à une diminution de la densité à vert et de la résistance à vert. Pour une quantité de 10% de fines particules, le phénomène d'ancrage devient dominant étant donné que les petites particules sont sujettes à l'application de la pression et une résistance à vert maximale est obtenue pour une quantité de 30% de fines particules comme l'illustre la figure 1.4 (Suh et al. 1991). Une addition supérieure à 30% de fines particules a pour effet d'augmenter encore une fois la friction entre les particules conduisant à une diminution de la résistance à vert.

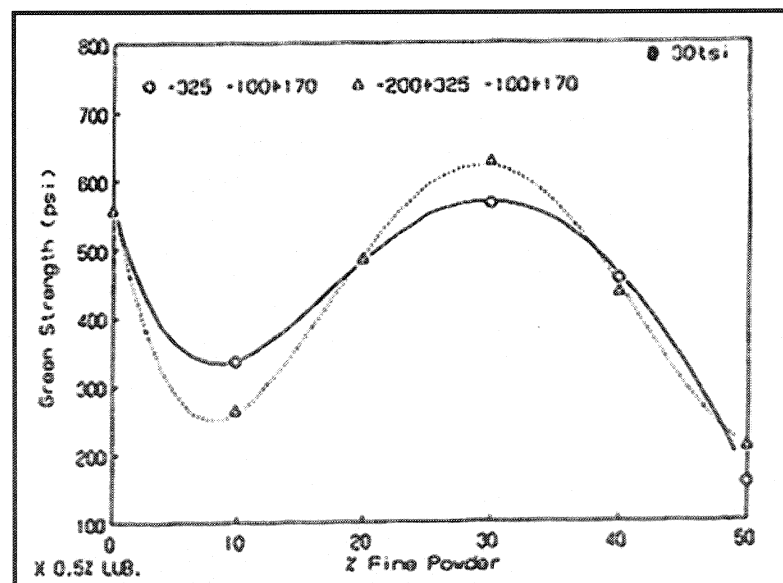


Figure 1.4 : Variation de la résistance à vert en fonction de la teneur en fines particules (Suh et al. 1991)

L'atteinte de résistances à vert élevées permettrait l'usinage des pièces à vert et réglerait un problème important relié au procédé de métallurgie des poudres. En effet, les poudres

métalliques ne possèdent pas une bonne usinabilité due au fait que leur dureté élevée et leur porosité résiduelle affectent la durée de vie des outils (German, 1994). Présentement, les opérations d'usinage sont minimales et elles sont utilisées pour ajouter des caractéristiques ou ajuster les dimensions sur les parties trop grandes. La résistance à vert des pièces produites actuellement se situe autour de 13,8 MPa (2000 psi). Il est proposé dans la littérature qu'une résistance à vert supérieure à 27,6 MPa (4000 psi) permettrait d'usiner les pièces à vert et de cette façon des pièces plus complexes pourraient être obtenues (Luk, 2000). De plus, une telle résistance à vert éliminerait les fissures à vert dues aux manutentions et aux contraintes d'éjection excessives.

### **1.2.5 Éjection des pièces**

L'éjection des pièces est la dernière étape avant l'obtention de la pièce. Cependant, des problèmes importants peuvent survenir lors de cette étape. Généralement, l'éjection des pièces est caractérisée par différentes forces agissant sur la pièce tout au long de sa montée hors de la matrice. De plus, l'endommagement de la matrice et du poinçon est un autre facteur très important à considérer, car il est directement relié aux tolérances dimensionnelles. Ainsi, dans cette section, une description du phénomène d'éjection est effectuée. De plus, il sera question de l'usure des matrices.

### 1.2.5.1 Description du phénomène d'éjection

L'éjection se définit comme étant la dernière portion du cycle de pressage. Elle est comprise entre le moment où la pression uniaxiale est retirée jusqu'au moment où la pièce est hors de la matrice (Ferguson et al.,1990). La figure 1.5 illustre schématiquement ce qui se produit au cours du pressage d'une pièce. Tout d'abord, lorsque la pression de compaction est atteinte, la pression radiale exercée par le comprimé sur les parois de la matrice est environ égale à une demi fois la pression axiale appliquée. Cette contrainte radiale déforme de façon élastique la paroi de la matrice. Par la suite, l'éjection du comprimé est réalisée et elle nécessite que ce dernier soit forcé vers le haut, élargissant la cavité de la matrice lors de son passage. Ainsi, lors de l'éjection d'une pièce hors de la matrice, il y a principalement 3 étapes à considérer:

- 1) Pic d'éjection qui est la force nécessaire pour surpasser la friction statique et pour élargir de façon élastique la cavité de la matrice afin de permettre le mouvement du comprimé.
- 2) La force permettant de garder la pièce en mouvement se situe généralement entre  $\frac{1}{4}$  et  $\frac{1}{2}$  de la valeur du pic d'éjection étant donné la différence entre la friction statique et cinétique.

- 3) L'éjection finale caractérisée par le retour élastique de la pièce (petite expansion, mais force importante)

Lors de l'éjection, il y a des forces assez importantes agissant sur le comprimé. Or, pour éviter la fissuration ou l'endommagement des pièces lors de l'éjection comme il sera décrit dans la section 1.3, des lubrifiants sont utilisés afin de diminuer les forces d'éjection.

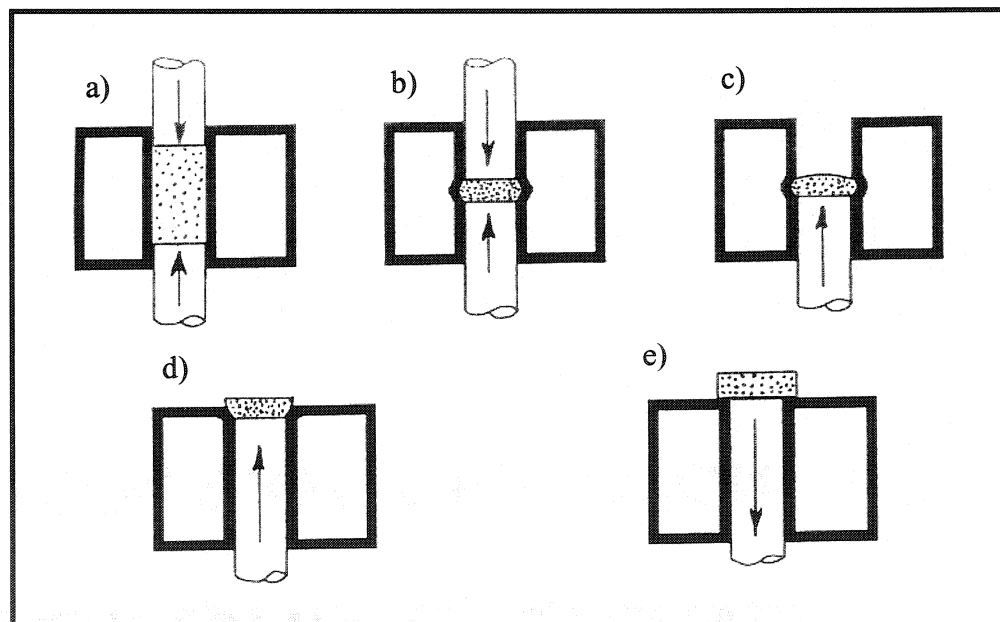


Figure 1.5 : Schéma montrant les interactions entre le comprimé et les parois de la matrice lors de l'étape de pressage (Ferguson, 1990)

### 1.2.5.2 L'usure des matrices

La viabilité économique du procédé de métallurgie des poudres passe nécessairement par la qualité des outils de compaction et la durée de vie des matrices et des poinçons. En effet, il faut réduire l'usure des matrices de sorte qu'il soit possible de presser le plus de pièces possibles avec la même matrice. La durée de vie d'une matrice est définie par les critères suivants (Bockstiegel et al, 1971) :

- 1) L'usure à la surface de la cavité de la matrice et du poinçon ne doit pas excéder des tolérances dimensionnelles spécifiques.
- 2) L'usure de la cavité de la matrice et du poinçon ne doit pas dépasser le point où le comprimé devient inacceptable dû au fait que les surfaces des pièces sont trop rugueuses.
- 3) L'augmentation de l'écart entre le poinçon et la cavité de la matrice ne doit pas permettre à des particules de poudre de s'emprisonner entre les deux de sorte que le poinçon reste coincé dans la matrice ou se brise.

Certains facteurs influençant l'usure des matrices ont également été identifiés (Bockstiegel et al, 1971). Ces facteurs peuvent être classés en trois catégories distinctes comme le montre le tableau 1.1.

Tableau 1.1 : Facteurs influençant l'usure des matrices lors du pressage de poudre

Catégories	Propriétés
Propriétés de la poudre	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Dureté</li> <li>- Abrasivité</li> <li>- Tendance de revêtement</li> <li>- Granulométrie et comportement rhéologique</li> </ul>
Propriétés du lubrifiant	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Miscibilité</li> <li>- Adhésivité</li> </ul>
Conditions de pressage	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Pression de compaction</li> <li>- Vitesse de pressage</li> <li>- Rigidité de la presse et des outils nécessaires</li> </ul>

Dans une étude réalisée par Bockstiegel et Svensson (1971), il a été démontré que des forces d'éjection faibles ne conduisaient pas nécessairement à un faible taux d'usure des matrices. En effet, la figure 1.6 montre que les plus faibles forces d'éjection étaient obtenues avec le Zn-4 alors que le taux d'usure le plus élevé était également obtenu avec ce dernier. Il est à noter que le taux d'usure était déterminé en mesurant l'augmentation moyenne en diamètre de 10 comprimés et ce à des intervalles de 2000 comprimés. En fait, selon Bockstiegel et Svensson, il semble impossible de relier l'influence des divers lubrifiants au niveau des forces d'éjection avec leur influence sur le taux d'usure de la matrice. Ce comportement suggère qu'il y a 2 mécanismes différents : un premier responsable de la friction entre les parois et le comprimé durant l'éjection et un deuxième responsable de l'usure des matrices. Cependant, il a été remarqué que les forces d'éjection ainsi que le taux d'usure des matrices diminuaient avec une augmentation de la quantité de lubrifiant, mais de façon différente pour les divers lubrifiants employés. De plus, pour un lubrifiant donné, le ratio entre les forces d'éjection et le taux d'usure demeure constant avec une augmentation de la densité. Finalement, comme il sera



expliqué plus en détail dans la section 1.3, les lubrifiants employés afin de réduire les forces d'éjection et l'usure des matrices, se composent d'acides gras et de substances similaires qui sont en fait des surfactants. Ceci signifie qu'ils peuvent avoir des effets chimiques et physiques sur la surface de la matrice et réduire sa résistance à l'usure.

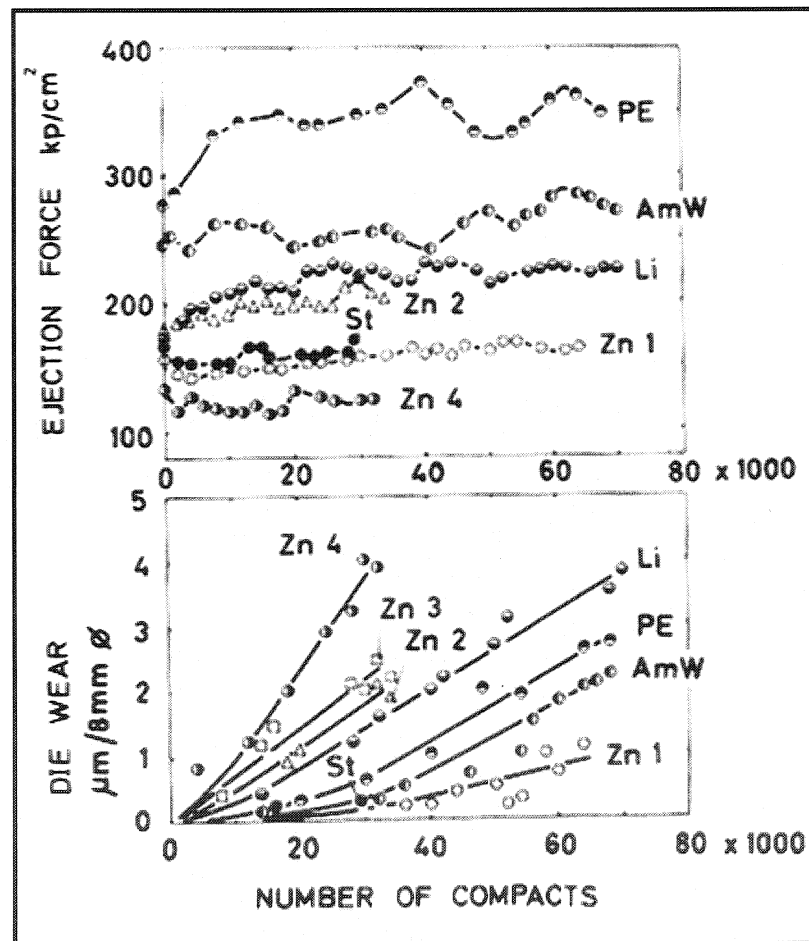


Figure 1.6 : Force d'éjection et taux d'usure en fonction du nombre de comprimés pour différents lubrifiants (Bockstiegel et al., 1971)

### 1.2.6 Problèmes associés à des mélanges de poudres

Lors de la conception de mélanges de poudre, il y a principalement deux phénomènes qu'il faut éviter: la ségrégation et l'émission de poussières. La ségrégation est un phénomène qui peut se produire lorsqu'un mélange de poudre ayant des particules de diamètres différents, de densité et/ou de morphologie différentes est versé dans un contenant. Elle consiste en une distribution inégale des particules dans le volume (German, 1994). Comme un mélange de poudre est rarement constitué uniquement de fer ce dernier est très propice à l'apparition de la ségrégation. En effet, dans un mélange, il y a généralement des additifs (graphite, cuivre, molybdène, nickel, etc.) et un lubrifiant (stéarate de zinc, EBS) dont les particules et la densité sont plus petites que celles de la poudre (10 à 30  $\mu\text{m}$ ) tout en ayant une morphologie différente. La littérature propose trois causes principales pour expliquer la ségrégation: une différence de taille entre les particules, de densité et une différence de forme entre deux ou plusieurs populations de particules (German, 1994). Ces différences proviennent généralement des éléments d'addition.

La ségrégation due aux différences de taille est la plus dominante (German, 1994). Généralement, elle est causée par une agitation qui entraîne l'ouverture des interstices locaux entre les particules. Par conséquent, les plus petites particules sont entraînées vers le bas sous l'action de la force gravitationnelle. La ségrégation diminue la validité de la valeur de la densité apparente et elle entraîne des variations au niveau de la densité

(changements dimensionnels) dans les pièces. En effet, la ségrégation peut augmenter ou diminuer la densité apparente d'un mélange et la valeur obtenue dépendamment de l'endroit dans le mélange où elle mesurée (plus de fines ou plus de grosses particules). De plus, la ségrégation augmente l'écart type des propriétés. En somme, la ségrégation favorise la production de produits variables et de qualité inférieure (Sakuranda et al., 1992).

La différence de taille et de densité entre les particules composant le mélange est également à l'origine de l'autre problème : l'émission de poussières. En effet, certaines des plus fines particules peuvent réussir à s'échapper dans l'air, ce qui entraîne des problèmes environnementaux pour certaines entreprises. De plus, le fait de réduire l'émission de poussières contribue à conserver plus d'éléments d'addition dans le mélange du début à la fin du processus ce qui favorise l'obtention de meilleures propriétés et une meilleure homogénéité de la composition chimique.

### ***1.3 L'utilisation de lubrifiants dans des mélanges de poudres métalliques***

Comme il a été mentionné précédemment, un mélange de poudres d'acier se compose généralement d'une poudre de base, d'additifs comme le graphite, le cuivre et/ou le nickel ainsi que d'un lubrifiant. Les lubrifiants sont ajoutés aux mélanges de poudre étant donné leur rôle essentiel lors du pressage et de l'éjection des pièces produites par métallurgie

des poudres. En effet, les lubrifiants sont utilisés principalement pour réduire le frottement entre les particules et les parois de la matrice afin de faciliter l'éjection des pièces et de minimiser l'usure de la matrice. Ainsi, lors du pressage, le lubrifiant migre vers les parois de la matrice. Cette migration se produit étant donné que l'application d'une pression entraîne une réduction suffisante de la viscosité du lubrifiant lui permettant de s'écouler le long des joints des particules (Auborn et al., 1993).

La figure 1.7 montre que la force nécessaire à l'éjection des pièces augmente très rapidement pour des faibles quantités de lubrifiant et les comprimés risquent de rester coincés à l'intérieur de la matrice (Lenel, 1981). D'ailleurs, ceci impose une limite à la réduction de la quantité de lubrifiant dans un mélange. En fait, pour des comprimés comprenant des faibles quantités de lubrifiant, il en résulte que la quantité de lubrifiant à la surface des parois de la matrice est insuffisante pour maintenir des forces d'éjection faibles. Ainsi, lorsque le comprimé est en mouvement, le lubrifiant est laissé derrière et la nouvelle surface ne sera pas lubrifiée dû à un manque de lubrifiant. Les forces d'éjection augmentent donc avec la distance parcourue par le comprimé. À l'inverse, avec une quantité de lubrifiant élevée, il y a suffisamment de lubrifiant à la surface des parois tout au long du processus d'éjection ce qui fait que les forces d'éjection sont faibles (Leopold et al., 1965). L'usure de la matrice diminue aussi avec une augmentation de la quantité de lubrifiant (German, 1986). De plus, les lubrifiants sont nécessaires à l'obtention d'un bon fini de surface des pièces produites (St-Laurent et al., 2000). Les lubrifiants permettent également l'obtention de densités à part plus uniformes et par

conséquent une meilleure uniformité dimensionnelle (White et al., 1995), car ils réduisent le frottement entre la pièce et les parois ce qui est à l'origine des gradients de densité.

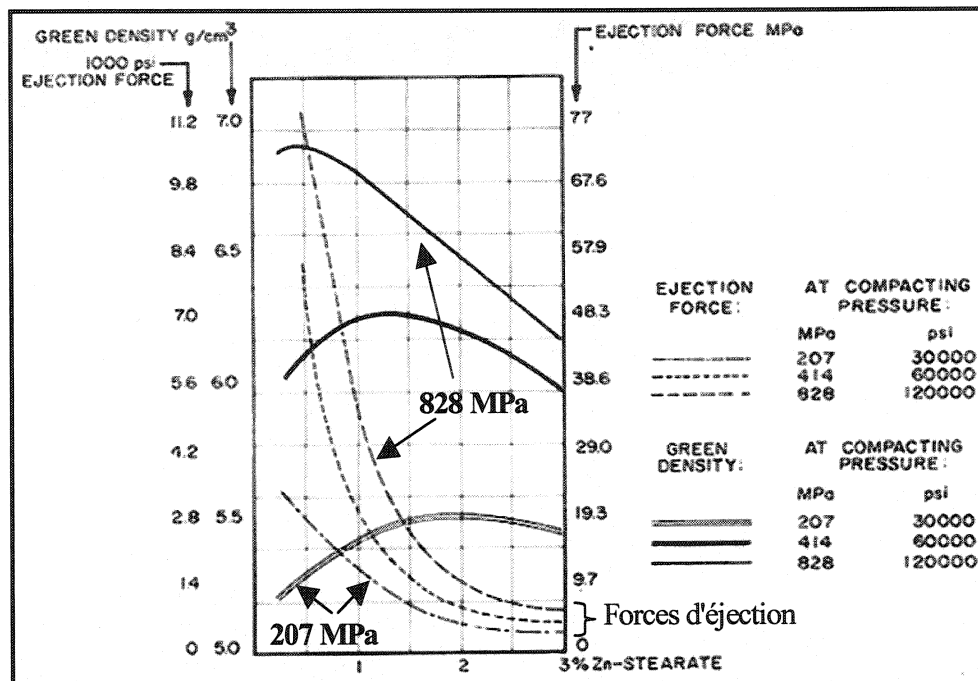


Figure 1.7: Densité à vert et forces d'éjection obtenues en fonction de la quantité de lubrifiant (Lenel, 1981)

Généralement, une quantité de lubrifiant entre 0,75 et 1% est utilisée dans un mélange de poudres. Cette quantité dépend de la forme des pièces à produire. En effet, une augmentation de la complexité de la forme des comprimés entraîne une hausse de la quantité de lubrifiant afin d'assurer une densité à vert uniforme et du même coup réduire au minimum les déformations associées aux gradients de densité (Griffo et al., 1995).

### 1.3.1 Les lubrifiants conventionnels

La majorité des lubrifiants utilisés, aujourd'hui, avec les poudres d'acier consistent en des acides gras (stéarate) ou des cires synthétiques comme des cires amides. Ces composés ont la particularité d'être formés de radicaux à longue chaîne d'hydrocarbures non polaire, lesquels leur fournissent les effets lubrifiants, combinés à des groupes polaires favorisant leur adhésion à des surfaces métalliques (Thomas et al, 1997). Les deux lubrifiants les plus connus de ces catégories sont le stéarate de zinc (ZnSt) et l'éthylènebisstéramide (EBS). Le ZnSt a un point de fusion de 122°C et sa formule chimique est  $(\text{CH}_3-(\text{CH}_2)_{16}-\text{COO})_2\text{Zn}$  alors que l'EBS a un point de fusion de 142°C et sa formule chimique est  $\text{CH}_3-(\text{CH}_2)_{16}-\text{CO}-\text{NH}-\text{CH}=\text{CH}-\text{NH}-\text{CO}-(\text{CH}_2)_{16}-\text{CH}_3$  (German, 1986). Une étude a déjà démontré (voir tableau 1.2), pour un mélange contenant 0,8% graphite et 2% cuivre et pour des densités variant entre 6,7 g/cm<sup>3</sup> et 7,2 g/cm<sup>3</sup>, que l'EBS donnait des densités à vert et après frittage quelque peu inférieures au ZnSt (German, 1986). Par ailleurs, l'EBS montrait moins de gonflement lors du frittage que le ZnSt. Finalement, les forces d'éjection obtenues avec ces deux lubrifiants étaient similaires.

Tableau 1.2 : Effet de deux lubrifiants conventionnels sur les propriétés d'un mélange de poudres (German, 1986)

Lubrifiant utilisé	Densité apparente (g/cm <sup>3</sup> )	Densité à vert à 414 MPa (g/cm <sup>3</sup> )	Force d'éjection (kN)	Résistance à vert (MPa)	Densité après frittage (g/cm <sup>3</sup> )	Résistance après frittage (MPa)	Changement dimensionnel (%)
<b>ZnSt</b>	3.23	6.88 ± 0.01	14.1 ± 0.6	26.7 ± 1.4	6.82 ± 0.03	1090 ± 45	0.22 ± 0.07
<b>EBS</b>	2.97	6.86 ± 0.02	14.1 ± 0.4	30.9 ± 1.3	6.81 ± 0.002	1060 ± 35	0.19 ± 0.05

Ces résultats sont cohérents avec une autre étude réalisée par Knopp (1993) dans laquelle il comparait les propriétés qu'il obtenait avec le ZnSt et l'EBS pour une poudre obtenue par réduction directe. Tout comme German (1986), il a obtenu une meilleure densité apparente (écart de  $0,16 \text{ g/cm}^3$ ) et une meilleure densité à vert (écart de  $0,04 \text{ g/cm}^3$ ) avec le ZnSt alors que l'EBS a donné les meilleurs résultats au niveau de la résistance à vert (écart de  $5,31 \text{ MPa}$ ). De plus, l'écoulement était meilleur de  $2 \text{ sec/50g}$  avec l'utilisation du ZnSt comparativement à l'EBS. La seule différence entre ces deux études est que Knopp (1993) obtenait des forces d'éjections inférieures de  $5,52 \text{ MPa}$  ( $800 \text{ psi}$ ) pour le ZnSt alors que pour German (1986) les forces d'éjection étaient similaires. Ces deux études permettent donc d'établir les tendances auxquelles s'attendre lorsque de tels lubrifiants sont employés dans un mélange de poudre.

Les lubrifiants peuvent être introduits directement dans le mélange de poudres sous forme de particules solides ou vaporisés sur les parois de la matrice ainsi que sur les poinçons. Lorsque la pression de compaction est faible, l'ajout de lubrifiant directement dans le mélange de poudres semble faciliter la densification comparativement à la lubrification des parois de la matrice (Chagnon et al., 1994). En effet, l'ajout direct de lubrifiant dans un mélange de poudres a tendance à diminuer la friction entre les particules et de faciliter le réarrangement de ces dernières (Elwakil et al., 1973). Cependant, cette tendance est renversée lorsque la pression de compaction augmente, c'est-à-dire que pour des pressions de compaction élevées l'ajout de lubrifiant directement dans le mélange de poudres affecte négativement la densification des pièces par rapport à la lubrification des

parois (Yarnton et al., 1963). Ceci est dû au fait que le lubrifiant, sous des pressions de compaction élevées, s'infiltré à l'intérieur des pores et nuit à la densification des particules (Elwakil et al., 1973). Par contre, la lubrification des parois n'est pas très répandue en pratique, car ceci entraîne une augmentation du temps de pressage, donne une densification moins uniforme et ne s'applique pas à des pièces complexes (Luk, 1997).

### **1.3.2 Les effets néfastes associés à l'utilisation de lubrifiants**

L'ajout de lubrifiants directement dans un mélange de poudres d'acier, bien qu'il soit nécessaire lors de l'étape d'éjection, entraîne une détérioration de certaines propriétés. Tout d'abord, les lubrifiants ont un effet néfaste sur l'écoulement de la poudre comme l'illustre la figure 1.8. Ceci est attribuable au fait que le lubrifiant est un solide de densité faible ayant des caractéristiques d'écoulement médiocre (Adler, 1969).



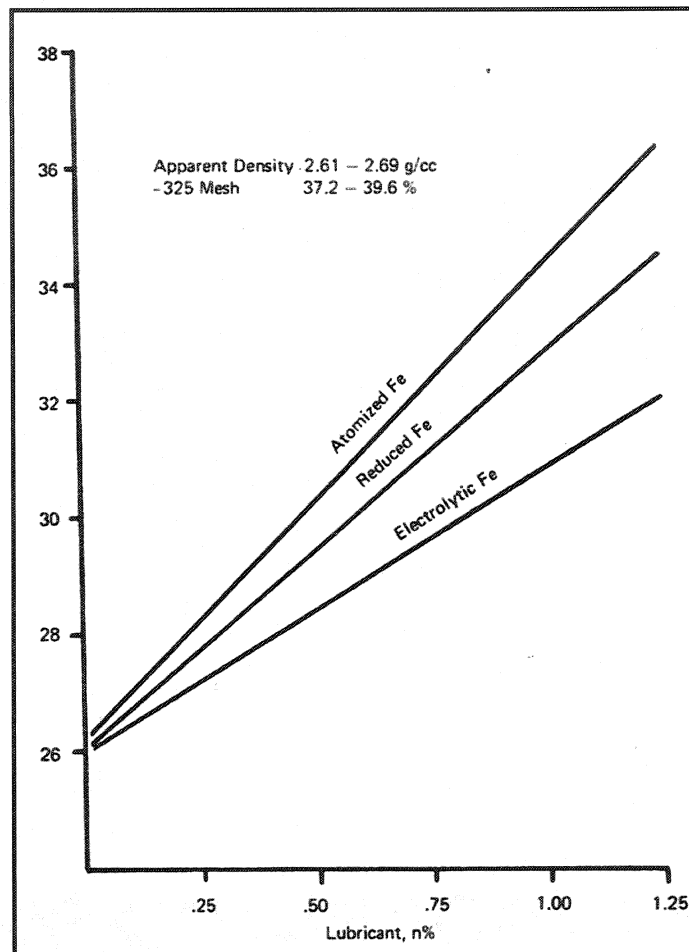


Figure 1.8 : Écoulement de la poudre en fonction de la quantité de lubrifiant (Adler, 1969)

De plus, la densité est également affectée négativement, car les lubrifiants ont une densité spécifique beaucoup plus faible que celle des particules de poudres ce qui contribue à diminuer la densité apparente et la densité à vert à des pressions de compaction supérieures à 414 MPa (30 tsi). En effet, le lubrifiant occupe 8 fois plus d'espace que la poudre de fer (densité du fer  $7,86\text{g/cm}^3$  vs densité des lubrifiants  $\approx 1\text{g/cm}^3$ ). Cependant, comme l'indique la figure 1.9, les courbes de compressibilité montrent que la densité à vert augmente au départ, mais qu'elle diminue lorsque la quantité de lubrifiant augmente

(German, 1994). En fait, la densité apparente et la densité à vert peuvent être améliorées avec l'ajout de lubrifiant seulement si la quantité ajoutée n'excède pas une valeur critique, car pour des valeurs supérieures à cette quantité le lubrifiant prend trop de place et il y a donc trop de matériel à faible densité dans le mélange (Suh et al., 1991) pour permettre l'atteinte de densité élevée.

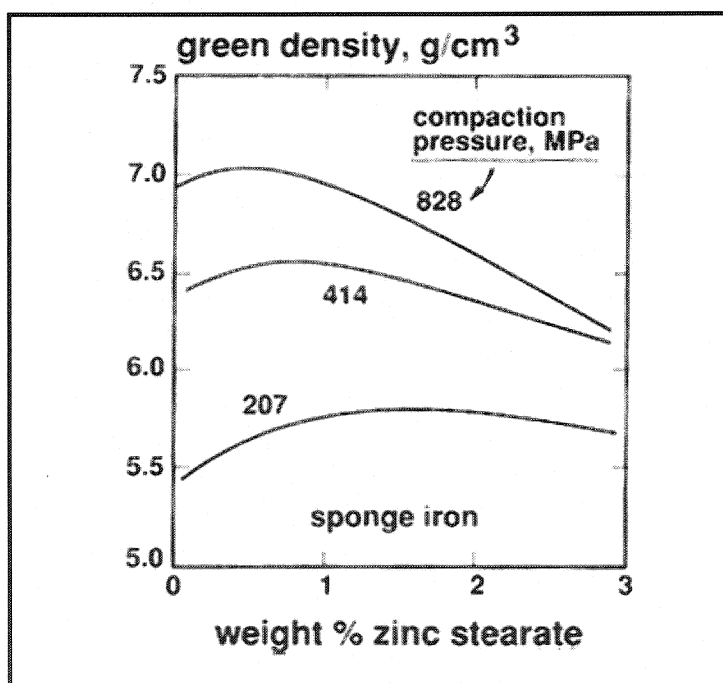


Figure 1.9: Effet de la quantité de lubrifiant sur la densité à vert (German, 1994)

En fait, les lubrifiants, lors du pressage, sont utiles uniquement au début du processus. Comme le montre la figure 1.10 il y a quatre stades importants lors du pressage d'un comprimé : le réarrangement des particules, la déformation localisée, la déformation homogène et la déformation massive (German, 1994). Ainsi, le lubrifiant, en réduisant la friction entre les particules, permet un meilleur réarrangement des particules et c'est pour

cette raison que pour des faibles pressions de compaction des densités plus élevées sont obtenues avec l'utilisation d'un lubrifiant. Cependant, lorsque la pression de compaction augmente le lubrifiant a un effet négatif tel qu'il a été décrit précédemment.

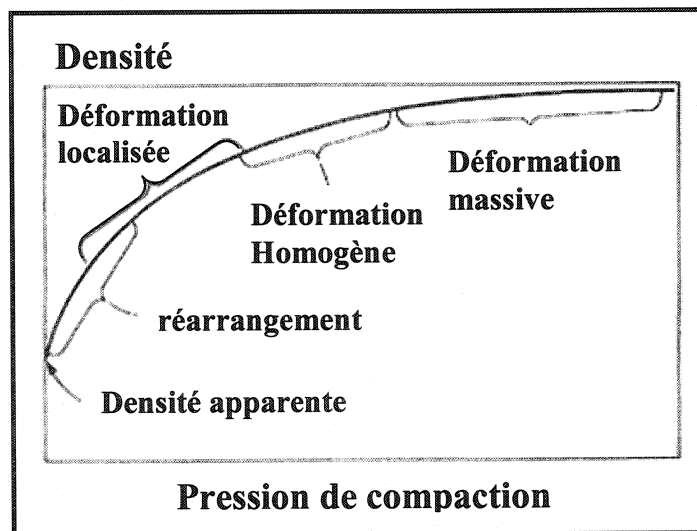


Figure 1.10: Graphique idéalisé de la variation de la densité en fonction de la pression appliquée (German, 1994)

De plus, il a été montré, pour des particules sphériques et lisses, qu'une augmentation du temps de mélange entraînait une faible variation de la densité apparente. Ceci est relié au fait que seulement une faible quantité de lubrifiant est nécessaire pour réduire la friction entre les particules. En d'autres mots, comme l'illustre la figure 1.11, une quantité de 0,05% est suffisante pour recouvrir totalement la surface des particules et réduire la friction entre les particules, mais cette quantité est insuffisante pour des raisons d'outillage et c'est pourquoi il faut utiliser entre 0,75 et 1% de lubrifiant. Une quantité de lubrifiant supérieure à 0,05% favorise alors la formation d'un film trop épais autour des particules et/ou augmente la proportion de lubrifiant libre entre les particules ce qui nuit à

l'empilement des particules et par conséquent conduit à une diminution de la densité apparente. Il est à noter que la légère diminution de la densité apparente pour un mélange sans lubrifiant, observée sur la figure 1.11, peut être attribuable à une augmentation de la friction entre les particules due à la fragmentation des particules au cours du mélange. Cependant, dans le cas de particules ayant une forme irrégulière et rugueuse, une plus grande quantité de lubrifiant est nécessaire afin de réduire la friction. Comme la friction entre les particules est le facteur influençant le plus la densité apparente, il faut utiliser seulement une quantité de lubrifiant permettant de surmonter cette friction afin d'obtenir une densité apparente élevée.

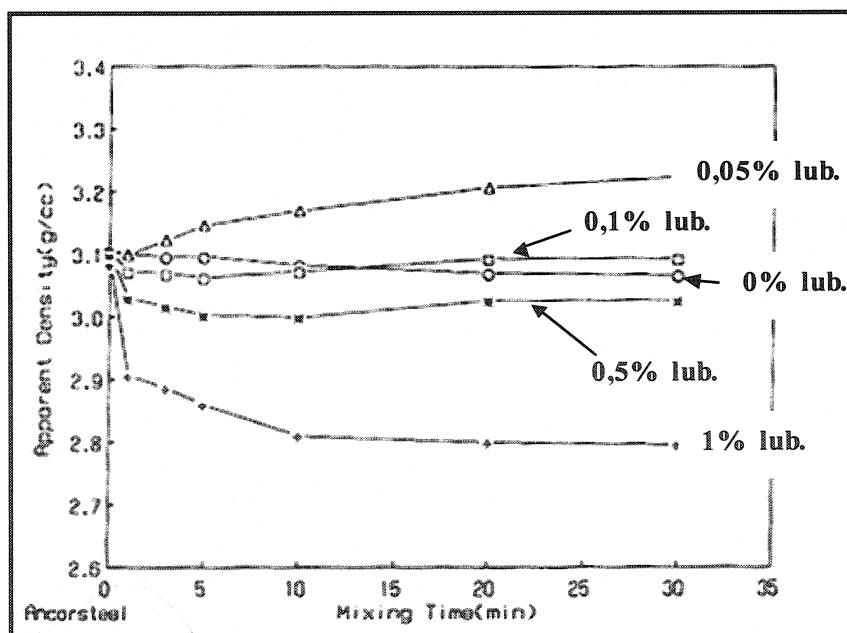


Figure 1.11 : Densité apparente en fonction du temps de mélange et de la quantité de lubrifiant (EBS) utilisée (Suh, 1991)

En plus, d'avoir un effet néfaste au niveau de la compressibilité, les lubrifiants entraînent une diminution de la résistance à vert dû à l'enrobage des particules de poudres par ce dernier au cours du pressage. Ceci a été confirmé par certains chercheurs qui ont démontré que lors du pressage, le lubrifiant formait un mince film autour des particules de poudres diminuant ainsi la force des liens entre les particules ou il s'infiltrait tout simplement dans les pores. L'absence des contacts métal-métal entre les particules dû à l'enrobage des particules par le lubrifiant est responsable de la diminution de la force des liens entre les particules. Des observations métallographiques ont été effectuées par des chercheurs afin de mieux comprendre ce qui se passait avec le lubrifiant au cours du pressage (Gagné, 1997).

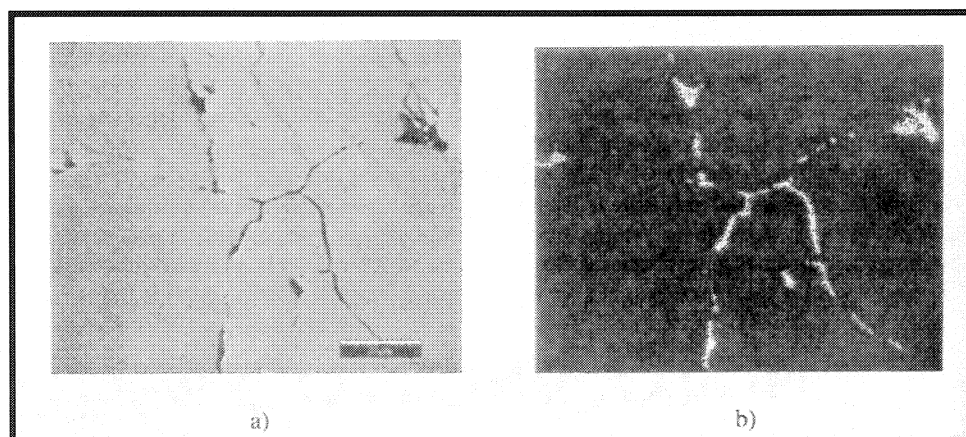


Figure 1.12 : a) Image en électrons secondaires b) cartographie du carbone obtenue par spectrométrie en sélection des longueurs des rayons X (WDS) d'une pièce pressée à 690 MPa (50 tsi) (Gagné, 1997)

La figure 1.12 montre qu'un signal important du carbone provenant des pores est obtenu indiquant la présence d'une importante proportion de lubrifiant dans cette région. La présence du lubrifiant dans les pores est problématique. En effet, comme il a été

mentionné précédemment elle nuit à la densification des pièces. De plus, pour des densités excédant 94%, les pores commencent à se fermer conduisant à l'emprisonnement du lubrifiant à l'intérieur de ces derniers ce qui peut résulter à de la fissuration durant l'étape du frittage (Angelo et al., 1998). Le lubrifiant se trouve également aux joints entre les particules suggérant un enrobage des particules au cours du pressage. Il est à noter que l'épaisseur du film de lubrifiant aux joints varie à travers la structure et dépend probablement de la pression appliquée à la pièce. Il est rapporté que la distribution du lubrifiant est différente le long de la périphérie de la pièce. En effet, les faces latérales en contact avec les parois de la matrice présentent une densité plus faible, car l'écoulement du lubrifiant vers les parois de la matrice fait en sorte qu'il y a plus de lubrifiant près de la surface donnant ainsi des régions plus poreuses à cet endroit. Ces observations sont en accord avec les principes de base concernant les propriétés rhéologiques des lubrifiants solides employés en métallurgie des poudres (Lawrence et al., 1997) :

- La rhéologie du lubrifiant doit être telle que le lubrifiant pourra s'écouler et s'étendre facilement à la surface des particules de poudres et des parois de la matrice afin de minimiser les forces requises pour l'éjection des pièces.
- D'un autre côté, le lubrifiant doit avoir une certaine viscosité minimale de façon à agir comme un lubrifiant de frontière, c'est-à-dire autour des particules. Ainsi, il ne doit pas s'expulser trop facilement afin de prévenir les frictions dues aux contacts métal-métal.

Comme il vient d'être démontré, les lubrifiants entraînent une dégradation de la résistance à vert. Ainsi, des liants et des lubrifiants polymériques ont été développés au cours des dernières années afin d'accroître cette propriété. Ces deux notions seront traitées dans une section subséquente.

#### **1.4 Influence de la température sur le comportement des lubrifiants**

À cause du haut taux de production de pièces en métallurgie des poudres, il y a généralement une augmentation de la température de la matrice jusqu'à l'obtention d'un plateau (industriellement on choisit une température d'environ 65°C pour caractériser le pressage à froid) (Thomas et al., 1998). Cette augmentation de température est principalement attribuable à la friction des pièces avec les parois de la matrice lors du cycle de pressage et d'éjection. Ainsi, cette augmentation de température peut avoir un effet sur les propriétés du lubrifiant utilisé dans le mélange de poudres et du même coup affecter l'éjection de la pièce et son fini de surface tout en augmentant l'usure de la matrice (Turenne et al., 2000). De plus, avec l'expansion que connaît le pressage à tiède, l'influence de la température sur le comportement des lubrifiants est importante à connaître.

Dans le cas d'un pressage simple d'une pièce ayant une section transversale constante, un coefficient de glissement ( $\eta_s$ ) a été introduit afin de caractériser la friction entre les

particules et les parois de la matrice (Thomas et al., 1997). Pour un matériau donné et des conditions surfaciques similaires de la matrice, le coefficient demeure constant. Sa valeur numérique varie entre 0 et 1 :  $\eta_s$  égale à 0 signifie qu'il n'y a pas de glissement alors que  $\eta_s$  égale à 1 représente un glissement sans friction. Ainsi, selon la température de pressage utilisée, il est important de choisir un lubrifiant adéquat, c'est-à-dire un lubrifiant qui possède un coefficient de glissement élevé à la température de pressage considérée.

Des essais réalisés par Thomas et al. (1997), comme l'illustre la figure 1.13, ont montré que le coefficient de glissement du stéarate de lithium était constant jusqu'à une température de 65°C et qu'il diminuait de façon importante pour des températures variant entre 110°C et 150°C. Cette diminution du coefficient de glissement observée avec une élévation de la température se traduit également par une augmentation des forces d'éjection et un glissement intermittent (phénomène appelé "stick-slip").



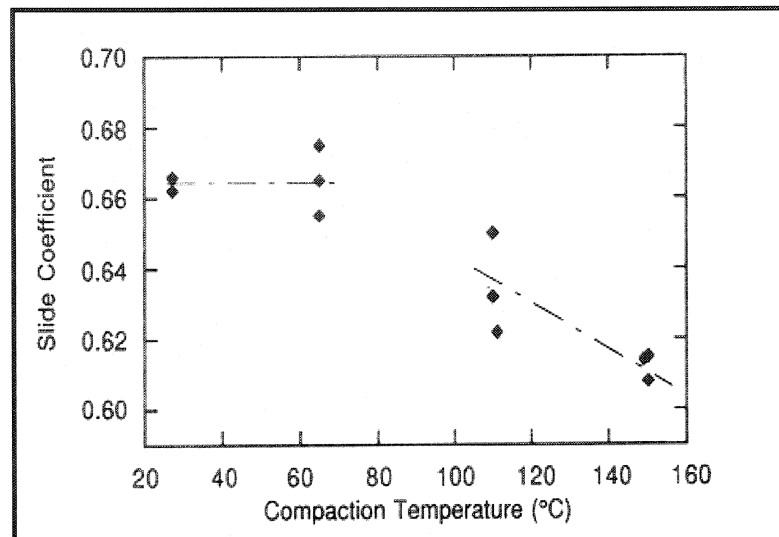


Figure 1.13 : Influence de la température sur le coefficient de friction entre la poudre et les parois pour le stéarate de lithium (Thomas et al., 1997)

Ce changement de comportement du lubrifiant entre 65 et 110°C est attribuable à une transition cristalline observable à 100°C (déterminé et démontré par DSC) (Thomas et al., 1997). En effet, la structure orthorhombique du stéarate de lithium devient une structure hexagonale ou désordonnée. La température de fusion n'est donc pas le seul paramètre à considérer lorsque l'on choisit un lubrifiant. En effet, il a été montré que le meilleur comportement du stéarate de lithium lors du cycle pressage-éjection était obtenu pour des températures inférieures à 65°C bien que ce dernier ait un point de fusion de 222°C. Par conséquent, les lubrifiants utilisés pour le pressage à tiède (température se situant entre 90 et 150°C) peuvent différer de ceux pour le pressage à froid.

Une étude a d'ailleurs été réalisée par Turenne et al. (2000) afin de montrer l'influence de la température sur les lubrifiants conventionnels comme le ZnSt, le LiSt et l'EBS. Pour ce faire, l'énergie nécessaire à l'éjection des comprimés était calculée pour des températures de 25°C, 65°C et 110°C. L'énergie d'éjection était calculée à l'aide d'une presse de compaction instrumentée (PTC ou Powder Testing Center). Il est à noter que le PTC permet d'avoir accès aux courbes d'éjection et tel qu'indiqué à la figure 1.14, deux valeurs sont retenues sur chaque courbe, le pic d'éjection et l'énergie d'éjection (correspondant à l'aire sous la courbe<sup>1</sup>) pour déplacer la pièce jusqu'à la sortie de la matrice. Le pic d'éjection correspond à la force la plus élevée obtenue avant que le comprimé commence à bouger.

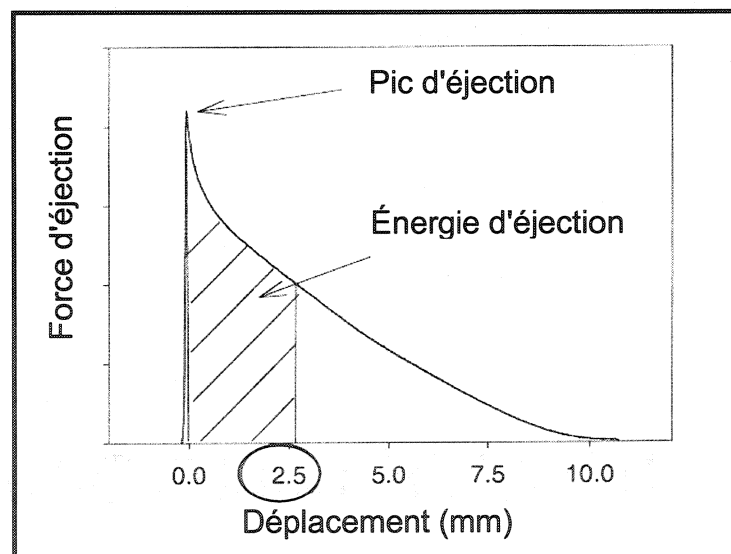


Figure 1.14: Courbe d'éjection typique obtenue avec PTC

<sup>1</sup> Énergie d'éjection : Ceci est l'énergie d'éjection par unité de surface de frottement nécessaire pour déplacer le comprimé le long d'une certaine distance à l'intérieur de la matrice. On le calcule comme l'énergie requise pour déplacer le comprimé à partir de 0.01 mm à 2.55mm (position du poinçon) divisé par la surface de frottement du comprimé et par la distance parcourue (2.54mm). Les unités sont  $N \cdot m / m^2 / m$  ou  $J / m^3$ . (tiré du manuel KZK PTC)

Les résultats ont montré que, pour une température de 25°C, les trois lubrifiants donnaient des énergies d'éjection similaires (15 MJ/m<sup>3</sup> pour le ZnSt, 16 MJ/m<sup>3</sup> pour l'EBS et 17,5 MJ/m<sup>3</sup> pour le LiSt). Par contre, lorsque la température était de 65°C, une amélioration a été obtenue dans le cas des deux stéarates (12 MJ/m<sup>3</sup> pour le ZnSt et 15,2 MJ/m<sup>3</sup> pour le LiSt) alors que l'EBS a subi une légère hausse (17,5 MJ/m<sup>3</sup>). Finalement, à 110°C, il y a eu une forte hausse pour les deux stéarates (20 MJ/m<sup>3</sup> pour le ZnSt et 19 MJ/m<sup>3</sup> pour le LiSt) alors que la valeur pour l'EBS est demeurée similaire (16,5 MJ/m<sup>3</sup>). Ces résultats montrent que les propriétés des lubrifiants peuvent être ou non influencées par la température, mais cette option doit être considérée afin de trouver la température optimale qui permettra l'obtention des meilleures propriétés.

Lors du processus d'éjection, la pression requise est moindre dans le cas du pressage à tiède, car la viscosité diminue avec l'augmentation de la température et ainsi une plus grande quantité de lubrifiant est dirigée à la surface des pièces. La littérature suggère qu'une augmentation de la fluidité du lubrifiant à des températures plus élevées (100-150°C) fait en sorte que le lubrifiant a une plus forte tendance à s'écouler par les pores ouverts vers la surface de la pièce. Par conséquent, les pièces sont plus denses et la lubrification est améliorée à l'interface entre la poudre et les parois de la matrice (Gagné et al., 1998 ; Luk et al., 1998). Il est à noter, que la densification est également associée au fait que l'augmentation de la température améliore la déformation plastique des particules de poudres favorisant l'atteinte d'une meilleure compressibilité. Cependant, l'amélioration de la lubrification fait en sorte que des quantités moindres de lubrifiant

peuvent être utilisées (typiquement 0,75% poids pour pressage conventionnel à froid vs 0,6% poids pour le pressage à tiède), ceci permet donc d'atteindre des densités plus élevées. Cependant, la diminution de la viscosité est bénéfique jusqu'à un certain point. En effet, une viscosité trop faible fera en sorte que le lubrifiant sera incapable de supporter la contrainte entre le comprimé et les parois de la matrice entraînant, à la fin du pressage et durant l'éjection, un contact direct entre les particules et les parois de la matrice (Turenne, 2000). Il en résulte qu'un glissement intermittent pourra survenir lors de l'éjection ("stick-slip"). De plus, l'adhésivité de certains lubrifiants augmente avec la température ce qui fait qu'il n'est pas recommandé d'avoir une température de matrice trop élevée, car ceci entraînera également l'apparition d'un glissement intermittent ("stick-slip") et des pressions plus élevées seront alors requises pour amorcer l'éjection de la pièce.

La figure 1.15 compare le comportement du LiSt pour un pressage à la température ambiante avec un pressage à tiède (150°C) (même quantité de lubrifiant dans les deux cas). On remarque qu'une augmentation de la température améliore la mobilité du lubrifiant, car il y a beaucoup moins de lubrifiant entourant les particules dans le cas de la pièce pressée à 150°C. Ceci crée donc une augmentation des contacts métal-métal améliorant ainsi la résistance à vert. Cependant, à la périphérie de la pièce, tout comme pour le pressage à froid, des régions plus poreuses sont présentes et un mince film de lubrifiant entoure les particules (Gagné, 1997).

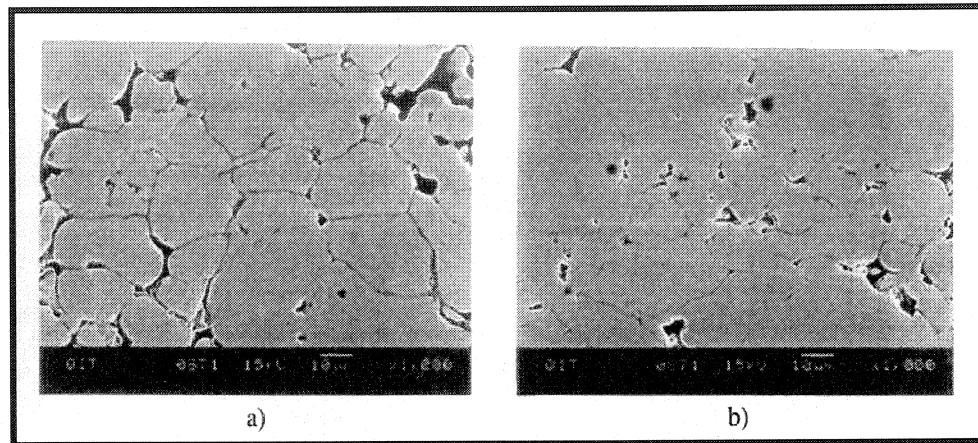


Figure 1.15 : Images prises au microscope électronique en balayage au centre d'une pièce pressée à 690 MPa (50 tsi) a) à la température ambiante et b) à 150°C (Gagné et al., 1997)

Ainsi, certains auteurs se sont attardés sur les caractéristiques que devait posséder un lubrifiant optimum lors du pressage à tiède : (1) une température de transition vitreuse et une température de fusion relativement basses, (2) disponible sous forme de poudres ou soluble dans un solvant non toxique, (3) un coefficient de glissement élevé et (4) une protection de la poudre de l'oxydation (Li et al., 2000). Il est à noter que le coefficient de glissement associé à un lubrifiant est une propriété importante dans le pressage à tiède, mais la viscosité du lubrifiant à la température de pressage est également importante.

Donc, lors d'un pressage à froid, il faut être conscient qu'en production il y a un échauffement de la matrice et qu'en réalité la température de pressage se situe autour de 65°C. Le choix d'un lubrifiant ne dépend pas uniquement de la température de fusion, mais plutôt des transitions cristallines. Certaines structures cristallines permettent d'optimiser le coefficient de glissement comme il a été démontré avec le LiSt. De plus, la densité est plus élevée lors d'un pressage à tiède par rapport à un pressage à froid et

ceci est une conséquence directe du comportement du lubrifiant (Chagnon, 1994). En effet, une élévation de la température diminue la viscosité du lubrifiant et il en résulte une meilleure lubrification des parois signifiant que la quantité requise de lubrifiant dans le mélange est moindre.

### ***1.5 Lubrifiants polymériques et liants***

Au cours des dernières années, des efforts ont été déployés afin de développer des nouveaux systèmes de lubrification qui permettent d'enrayer ou du moins réduire les effets néfastes engendrés par l'utilisation des lubrifiants. Ces systèmes sont composés de cires synthétiques, de stéarates métalliques, d'autres additifs ou de lubrifiants polymériques. Une nouvelle technologie, consistant à l'enrobage des particules de poudre à l'aide d'un liant, a également été développée afin de maximiser les propriétés associées à des mélanges de poudres.

#### **1.5.1 Lubrifiants polymériques**

L'utilisation de lubrifiants polymériques a montré qu'il était possible d'améliorer significativement la résistance à l'usure des pièces pressées (Tremblay et al. 2001). Ce résultat est principalement dû aux propriétés mécaniques intrinsèques plus élevées des lubrifiants polymériques comparativement à celles des lubrifiants conventionnels.

(Tremblay et al. 2001). Les polymères diffèrent de la majorité des lubrifiants conventionnels étant donné qu'ils se composent de chaînes de macromolécules. De plus, ce type de composé se déforme moins que les lubrifiants conventionnels et par conséquent ils ont une plus faible tendance à former un film continu à la surface des particules durant les étapes de mélange et de pressage. Le fait que le film de lubrifiant autour des particules soit discontinu favorise la formation de liens forts entre les particules de poudres et favorise donc l'obtention d'une résistance à vert plus élevée (Tremblay et al., 2001). En effet, il est reporté que la résistance à vert peut être augmentée par la formation de contact solide ou par un micro-soudage entre les particules de poudres (Gagné, 1997). Cette affirmation provient du fait qu'il a été démontré (voir figure 1.16) que la résistance à vert des pièces pressées sans lubrifiant interne, mais avec un système de lubrification des parois de la matrice était plus élevée que des pièces contenant un lubrifiant interne dans le mélange de poudres (Chagnon et al. 1994). L'avantage des lubrifiants polymériques est que dans certains cas, ils peuvent agir à la fois comme lubrifiant et comme liant ce qui réduit la ségrégation et l'émission de poussières.

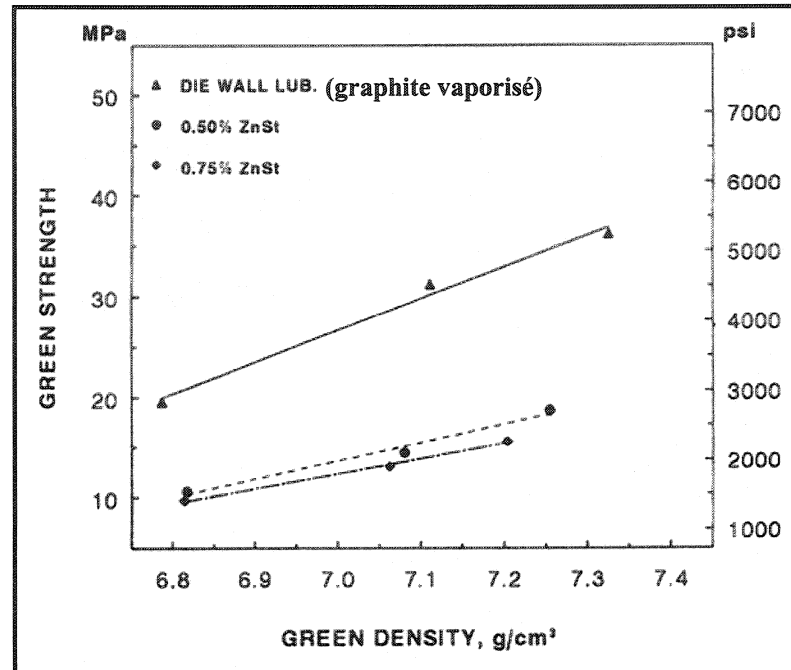


Figure 1.16 : Résistance à vert en fonction de la densité et de la quantité de lubrifiant (Chagnon, 1994)

Cependant, il est important de mentionner que les polymères ne possèdent pas tous une bonne résistance au cisaillement et de bonnes qualités de lubrification lors du pressage et de l'éjection des pièces (Tremblay et al., 2001). Lorsque l'on procède à la sélection d'un polymère comme lubrifiant, il y a plusieurs caractéristiques à considérer comme sa nature, sa structure, son poids moléculaire (lesquelles dépendent de la longueur des chaînes des macromolécules), sa température de transition vitreuse et la taille des particules du polymère afin d'atteindre un compromis entre la compressibilité et les propriétés lubrifiantes du mélange de poudres (Tremblay et al. 2001). La compressibilité et la lubrification des mélanges de poudres avec un lubrifiant polymérique sont influencées significativement par le type de polymère et les conditions du procédé (niveau de pression, la température, le taux de pressage). Par exemple, sous



certaines conditions spécifiques et pour un lubrifiant polymérique donné, une augmentation de la masse moléculaire peut avoir un effet bénéfique sur la lubrification lors de l'éjection. Par contre, une masse moléculaire trop élevée peut entraîner une détérioration de la compressibilité parce que le polymère est plus difficile à déformer et que sa résistance au cisaillement est plus élevée (Tremblay et al., 1999).

L'habilité que certains polymères possèdent au niveau de la lubrification est attribuable à un arrangement régulier des chaînes de macromolécules et à leur facilité de glisser les unes sur les autres lorsqu'elles sont soumises à une contrainte de cisaillement. Certains auteurs croient que le lubrifiant polymérique doit posséder un mouillage adéquat, des propriétés adsorbantes et adhérentes avec la poudre métallique et la cavité de la matrice de façon à former un film de lubrifiant réduisant les contraintes de cisaillement durant le pressage et l'éjection des pièces (Tremblay et al., 2001).

Les caractéristiques d'adsorption des lubrifiants polymériques avec les surfaces métalliques sont reliées à la nature du polymère, à la rugosité et aux sites actifs des surfaces métalliques. Par exemple, des polymères saturés comme le polyoléfine sont adsorbés à la surface métallique uniquement par des liens faibles de type Van der Waals et il en résulte que le film polymérique formé peut être facilement enlevé de la surface des particules. Plusieurs autres polymères (polyéther, polyester, polyamide) contiennent des groupes fonctionnels qui sont donneurs d'électrons (groupe basique) ou accepteurs d'électrons (groupe acide) (Tremblay et al., 2001). Ces groupes peuvent se retrouver

dans la chaîne de macromolécules ou à la fin de cette dernière. De plus, ces groupes peuvent interagir par des interactions acide-base ou de Van der Waals avec les sites acides ou basiques ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Fe}(\text{OH})_3$ ) situés à la surface des particules métalliques. Les effets d'un groupe en fin de chaîne sont plus importants pour un polymère ayant une faible masse moléculaire (cas des lubrifiants polymériques). L'affinité du groupe fonctionnel avec le site métallique actif détermine la force d'adhésion du film solide à la surface (Tremblay et al., 2001).

Tremblay et al (2001) ont procédé à des essais avec deux polymères dont la structure moléculaire, la masse moléculaire et la polydispersité étaient similaires. Par contre, ces deux polymères avaient des groupes fonctionnels ayant une polarité et une affinité différente pour la surface des particules de fer. Ainsi, il a été observé que la polarité du groupe fonctionnel affecte la compressibilité du mélange. En effet, la densité à vert est plus élevée dans le cas du mélange ayant le polymère avec la polarité la plus élevée. L'amélioration de la compressibilité s'explique par une plus faible friction entre les particules à cause d'un meilleur réarrangement durant le pressage. Cette diminution de la friction entre les particules et les parois de la matrice peut s'expliquer par la meilleure habilité du polymère à former un film lubrifiant à la surface des particules. On peut également voir les bénéfices d'un polymère ayant une polarité plus élevée au niveau de l'éjection et de la résistance à vert.

Donc, à la suite de ces divers essais, on peut affirmer que l'utilisation d'un polymère ayant des groupes polaires forts et une masse moléculaire suffisamment élevée (environ 5000 g/mol) pour favoriser la formation d'un mince film adhérent et discontinu aux particules permet d'améliorer les propriétés des pièces.

### **1.5.2 Élaboration de poudres enrobées à l'aide de liants**

Les poudres enrobées à l'aide d'un liant ont été développées dans un premier temps afin d'optimiser l'utilisation des fines poudres d'addition en limitant l'émission de poussières et la ségrégation du mélange. Ainsi, l'objectif premier est de lier les fines poudres d'addition aux plus grosses particules de fer (Semel et al. 1997). Il est à noter que les propriétés mentionnées précédemment pour le choix d'un lubrifiant polymérique s'applique également aux liants. En effet, lors de la sélection d'un liant, on recherchera un polymère avec des propriétés lubrificatrices et adhérentes. De plus, leur comportement est similaire à savoir qu'il entoure les particules de fer d'un film auquel viennent se coller les fines particules.

Les liants peuvent être introduits de deux façons différentes (Oliver et al., 1993). La littérature suggère que la méthode qui est préférable pour l'enrobage est celle utilisant un lit fluidisé (Thomas et al., 1999). Tout d'abord, les particules de poudre sont fluidisées dans l'air. Le liant polymérique doit être dissout dans un solvant organique approprié. Par la suite, la solution de liant est vaporisée au moyen d'une buse d'atomisation sur les

particules de poudre sur le lit fluidisé. Il est à noter que le choix du solvant est arbitraire, tous les solvants réussissant à dissoudre le liant sélectionné peuvent être utilisés. Cependant, il faut s'assurer que la température atteinte dans le lit fluidisé soit inférieure au point d'ébullition du solvant employé. Une fois que les particules de poudre ont été humectées de la solution d'enrobage, elles sont transférées dans une chambre d'expansion dans laquelle le solvant est retiré par évaporation.

L'autre méthode d'application proposée, "bonding process", requiert moins d'équipements. Dans cette méthode, les particules de poudres et les particules polymériques sont mélangées ensemble, préférentiellement à l'état sec, selon les méthodes conventionnelles afin de former un mélange homogène de particules. Une fois le mélange réalisé, un solvant est ajouté en vaporisant de fines gouttelettes sur le mélange sec. Ce solvant permet d'adoucir et/ou de dissoudre partiellement la surface des particules de polymères afin qu'elles deviennent collantes et adhèrent bien à la surface des particules de poudre. Il est à noter que les particules polymériques peuvent être dissoutes préalablement dans le solvant et dans ce cas c'est la solution qui est vaporisée. Le solvant est retiré par évaporation et occasionnellement il faut recourir à la chaleur, à la ventilation ou au vide. Lors de la sélection ou la recherche d'un liant, on recherche certaines caractéristiques précises (Giacco, 1996). Ces différentes caractéristiques sont les suivantes:

- Le liant doit se décomposer dans tous les types d'atmosphère (oxydante, réductrice ou inerte) et cette décomposition doit être endothermique et complète à travers 3 phases: solide à liquide à gaz.
- Le liant doit être attrayant d'un point de vue écologique, c'est-à-dire que les produits de combustion ne soient pas toxiques (dioxyde de carbone ou l'eau).
- La température à laquelle la décomposition est complète doit être faible (doit se produire dans la zone de délubrification).
- Le liant doit être soluble dans la majorité des solvants et insoluble dans l'eau (le temps nécessaire au séchage de l'eau est beaucoup plus long que celui des solvants organiques ce qui d'un point de vue économique est inacceptable et l'eau encourage la présence de rouille). De plus, l'utilisation d'un liant soluble dans l'eau entraînera l'absorption d'eau sous une atmosphère d'entreposage humide diminuant ainsi l'écoulement du mélange par la suite.
- Une température de transition vitreuse faible pour que le polymère puisse être plastifié avec son propre monomère ou une variété de plastifiants.

Il est à noter que les propriétés résultantes d'un mélange avec un liant dépendent fortement du processus de liaison et des liants utilisés (Luk, 2000). Les liants ne sont pas

tous équivalents certains ont d'excellentes capacités de liaison, mais ne possèdent pas une bonne qualité de lubrification. Ceci résulte donc en une perte de la compressibilité et une augmentation des forces d'éjection. D'autres ont des bonnes qualités de lubrification, mais ils possèdent des capacités de liaison mauvaises. Ainsi, le liant idéal possède des bonnes capacités de liaison durant la fabrication du mélange et des bonnes qualités de lubrification durant la compaction et l'éjection de la pièce. Il existe différents mécanismes de liaison comme le montre la figure 1.17 (Luk, 2000):

- a) Le liant mouille préférentiellement les petites particules et forme des agglomérats assez importants. Durant le frittage ceci résultera en de larges pores qui entraîneront des basses densités. Les agglomérats peuvent également induire de la croissance localisée et causer des problèmes de tolérance dimensionnelle.
- b) Le liant mouille les particules de fer et lie éventuellement les petites particules autour des particules de fer. Ceci est l'état préférable lequel distribuera les éléments d'addition et améliorera les tolérances dimensionnelles.
- c) Le liant lie les petites particules de telle sorte que des agglomérats sphériques se forment. Les agglomérats ronds résultent en un meilleur empilement dans la matrice. Ils améliorent également la compressibilité et les tolérances dimensionnelles.

d) Le liant lie en premier les petites particules en des empilements d'agglomération qui sont par la suite liés à la surface des particules de fer. Ces liaisons sont difficiles à maintenir et vont éventuellement se briser en petits agglomérats. Ceci aura un effet négatif sur l'écoulement et les tolérances dimensionnelles.

e) Le liant forme le noyau d'une agglomération en liant les petites particules à sa surface. Il en résulte une quantité excessive de pores lesquels réduiront la force de frittage.

f) Le liant enveloppe uniquement les particules de fer. Il n'y a pas de possibilité de liaison dans ce cas.

g) Le liant enveloppe uniquement les petites particules. Il n'y a pas de possibilité de liaison dans ce cas.

h) Le liant demeure une particule individuelle sans liaison avec les petites particules ou celles de fer.

i) Le liant lie les petites particules à celles de fer, mais la liaison avorte plus tard dû à la fragmentation des petites particules et du liant.

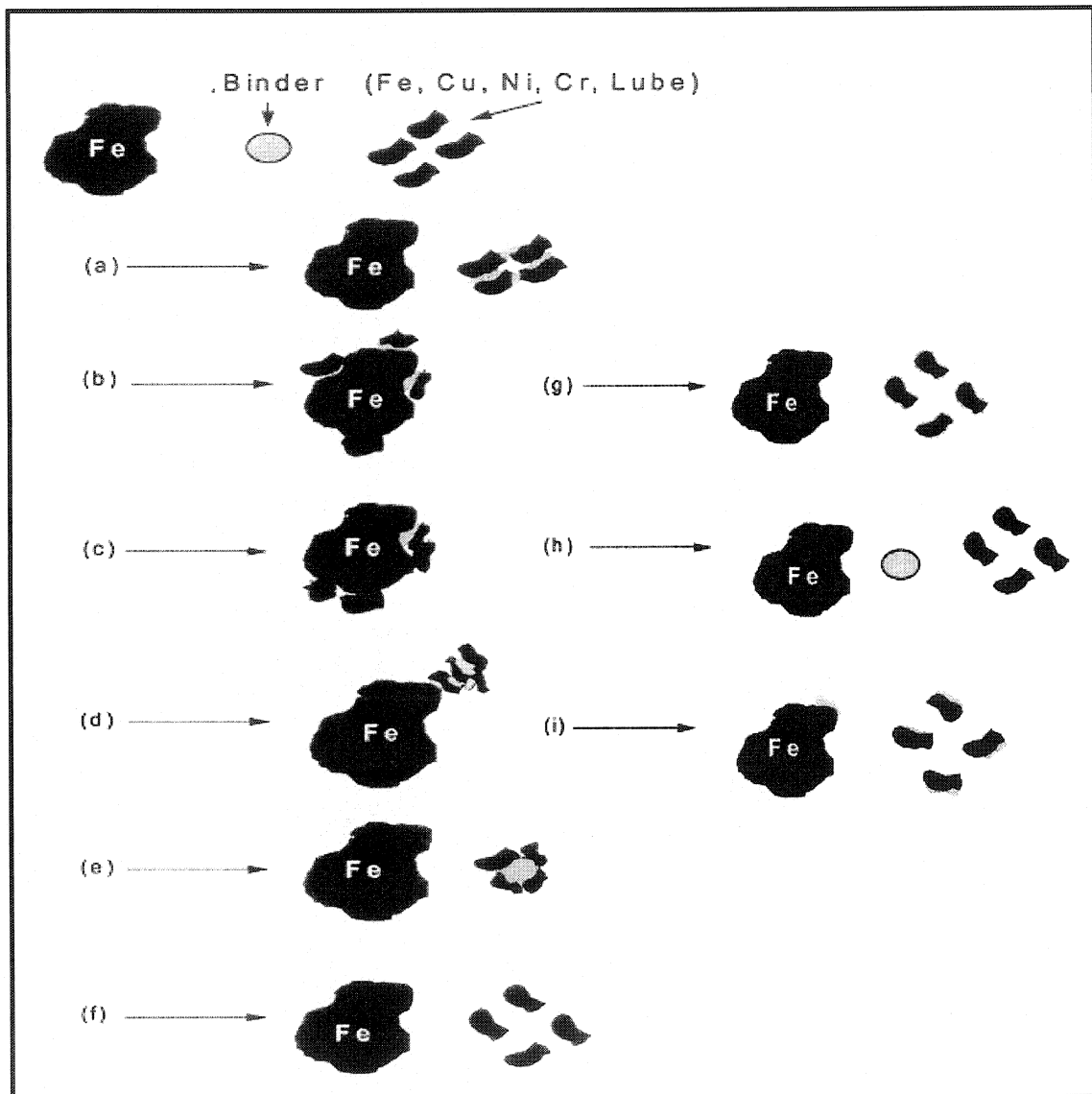


Figure 1.17 : Mécanismes de liaison des liants polymériques (Luk, 2000)

Certains mécanismes résultent en une détérioration des propriétés à vert ou de frittage. Ces problèmes sont reliés à un liant inadéquat en terme de capacité d'élaboration, capacité de liaison, attractions préférentielles de certaines particules, et la viscosité ou l'habileté du liant de se distribuer et de mouiller la surface. Les mécanismes b et c mentionnés précédemment sont les préférables pour l'atteinte des propriétés désirées comme la



résistance à la ségrégation et à l'émission de poussières, l'écoulement et l'homogénéité (Luk, 2000).

### **1.5.3. Système liant-lubrifiant polymérique**

Il a été mentionné que la majorité des polymères, à l'exception des hydrocarbures saturés comme le polyéthylène et le polypropylène, contiennent des groupes fonctionnels qui sont donneurs d'électrons (groupe basique) ou accepteurs d'électrons (groupe acide). Ces groupes fonctionnels permettent à ces polymères d'interagir avec quelques solvants, plastifiants ou autres polymères (Thomas et al. 2001). Lorsque deux polymères contiennent des groupes complémentaires donneurs et accepteurs, ils peuvent établir des interactions intermoléculaires spécifiques par liaison hydrogène. Le mélange de ces polymères est souvent miscible ce qui n'est pas le cas de plusieurs mélanges de polymères. Lorsque les interactions entre les donneurs et les accepteurs sont intenses, le mélange de deux polymères contenant ces deux groupes complémentaires peut former un complexe polymère-polymère également appelé interpolymère (Thomas et al. 2001). De tels complexes interpolymères sont obtenus lorsque l'on mélange un poly(carboxylique acide) comme le polyacrylique acide avec l'oxyde de polyéthylène, le polyvinylpyrrolidone, l'alcool de polyvinyle ou le polyvinylpyridine. Les complexes interpolymères possèdent des propriétés uniques, lesquelles diffèrent des composés initiaux. Par exemple, en utilisant un mélange entre une résine phénolique et un polyéther, il a été montré dépendamment du ratio entre les deux polymères qu'on peut

obtenir un thermoplastique plus rigide ou un thermodurcissable plus résistant avec de meilleures caractéristiques lors du démoulage.

Cette approche est utilisée en métallurgie des poudres surtout pour augmenter la résistance à vert des pièces pressées avec un lubrifiant polymérique. Ainsi, il s'agit de combiner un liant approprié à un lubrifiant polymérique.

#### **1.5.4. Utilisation de plastifiants**

Il est également possible d'utiliser un plastifiant avec un liant polymérique. Cette approche vient du fait que certains polymères employés seuls forment des films durs qui interfèrent lors de la compaction. Le plastifiant permet de diminuer la dureté, d'améliorer la flexibilité et la plasticité du liant polymérique (Champagne et al., 1995). Les plastifiants permettent également de diminuer la viscosité et la température de transition vitreuse sans affecter le caractère chimique du liant. De plus, ils peuvent agir également comme lubrifiant interne. Les plastifiants sont en général des macromolécules de faible poids moléculaire modifiant les forces de liaison entre les chaînes (Baïlon et al., 2000). Il est à noter que le plastifiant doit être compatible avec le liant polymérique.

### **1.6 Comportement des lubrifiants lors du frittage**

Lors du choix d'un lubrifiant ou d'un liant, il importe de tenir compte de son comportement lors du frittage. En effet, lors du frittage, il faut être en mesure d'éliminer complètement le lubrifiant ou le liant. Cette opération s'effectue dans la zone de délubrification (425-650°C) et il est important qu'elle s'effectue à des températures inférieures à 650°C. Advenant le cas où il resterait du lubrifiant et que la température serait supérieure à 650°C, il y aurait décomposition rapide du lubrifiant en carbone et en suie et/ou ce dernier lors de son entrée dans la zone chaude (1120°C), sous l'effet du gradient de température important, prendra de l'expansion favorisant l'apparition de fissures à la surface de la pièce (Saha et al., 2002). Une décomposition rapide du lubrifiant peut entraîner, pour sa part, la formation de boursouflures sur la pièce et affaiblir les liens entre les particules après le frittage et il en résulterait une détérioration des propriétés après frittage (Nyar, et al., 1995). Les composantes du four, tout comme la surface des pièces, peuvent devenir recouvertes d'une couche de suie limitant ainsi le transfert de chaleur aux pièces. De plus, une élimination incomplète peut résulter en une ségrégation du carbone le long des joints de grains entraînant une dégradation des propriétés mécaniques des pièces frittées. Il est à noter qu'une attention particulière doit être portée à la composition chimique du lubrifiant, car celle-ci a un effet sur la manière et la facilité dont le lubrifiant se décompose.

Durant le processus de délubrification, le lubrifiant subit une série de transformations de phase. Le premier changement est la liquéfaction du lubrifiant solide. Lorsque le lubrifiant fond, les groupes fonctionnels des molécules s'alignent afin de se répandre uniformément à la surface de la pièce. La migration du lubrifiant, une fois liquide, peut être favorisée par plusieurs facteurs incluant les porosités ouvertes, la nature physique du lubrifiant liquide et les conditions environnantes. Lorsque la température devient plus grande, le lubrifiant liquide subit une vaporisation. Il est à noter qu'il y a rupture des chaînes du polymère lorsqu'il est à l'état liquide ou gazeux. Pour terminer, les vapeurs du lubrifiant sont éliminées par les gaz contenus dans l'atmosphère de frittage (Saha et al., 2002).

La façon selon laquelle les lubrifiants se dégradent lors du frittage dans une atmosphère inerte dépend de leur structure chimique et de la présence d'impuretés. La dégradation commence à se produire lorsque l'énergie thermique est suffisamment élevée pour séparer les liens chimiques primaires liant les molécules ensemble. Il y a deux types de dégradation thermique : la dépolymérisation en chaîne et la décomposition aléatoire (Auborn et al., 1994). La dépolymérisation en chaîne est caractérisée par le détachement des monomères se situant aux extrémités de la chaîne polymérique. Ce type de dégradation commence à une température seuil et se poursuit avec l'addition d'énergie. La décomposition aléatoire se traduit par la rupture de la chaîne à différents endroits de la molécule. Les fragments de chaîne obtenus sont généralement plus grands que les monomères et ont différentes tailles. La décomposition aléatoire se divise en deux

étapes: le disproportionnement et la déhydrogénation (Auborn et al., 1994). Il est à noter que l'EBS et le ZnSt se décompose de cette façon. Ces deux lubrifiants ont une décomposition semblable étant donné qu'ils contiennent un composant stéarique dans leur structure moléculaire.

L'étape de disproportionnement se produit à une température inférieure à 550°C et la majorité du matériel décomposé s'évapore sous forme gazeuse. Ce gaz primaire est riche en hydrogène et possède une bonne mobilité. Le reste du matériel forme de nouveaux composés contenant une faible quantité d'hydrogène. Dans l'étape de déhydrogénation qui a lieu à une température supérieure à 550°C, ces nouveaux composés se décomposent en hydrogène gazeux et en carbone (Lee et al., 1999) et ce carbone est difficile à éliminer. En effet, une atmosphère d'hydrogène pure ne peut pas réagir avec le carbone résiduel, car les molécules d'hydrogène à l'état gazeux ont une forte affinité entre elles et thermodynamiquement elles tendent à demeurer sous la forme diatomique. Par contre, lorsqu'un gaz plus réactif comme la vapeur d'eau ou l'ammoniac est ajouté à cette atmosphère, le gaz peut se combiner au carbone résiduel permettant ainsi son élimination (Auborn, 1994). Finalement, seulement les cations métalliques (le zinc, le lithium, le magnésium et le calcium) ne pourront pas être totalement décomposés. Ces matériaux demeurent dans la pièce ou ils se condensent sur un endroit froid dans le four sous sa forme réduite ou oxydée.

L'effet de la chimie du lubrifiant a été évalué à l'aide d'analyses thermogravimétriques (Hwang et al., 1992). Les analyses thermogravimétriques se trouvant sur la figure 1.18 ont été effectuées sur différents lubrifiants (le stéarate de zinc et l'EBS (Acrawax C)) et dans différentes atmosphères. Les résultats démontrent que la décomposition du ZnSt et de l'EBS débutent sensiblement à la même température et ceci est dû à la rupture des liens les plus faibles (le lien faible est dans les deux cas le lien stéarique et c'est pourquoi leur décomposition débute à la même température). De plus, dans ces deux cas la décomposition se produit sur une gamme de température étroite (100°C). Ceci est une conséquence d'une distribution étroite de la masse moléculaire et des chaînes de carbone relativement courtes (Auborn, 1994). Par contre, un polymère comme le polypropylène qui contient des longues chaînes variant entre 25 et 70 carbones et qui a une distribution large de la masse moléculaire se décomposent sur une large gamme de températures (270°C). Il est à noter que la décomposition sur une large gamme de températures est plus efficace, car les gaz s'échappant ne sont pas retenus par les autres gaz. À l'inverse, une décomposition sur une gamme de températures étroite fait en sorte d'augmenter la pression interne à l'intérieur de la pièce, ce qui peut conduire à l'emprisonnement de gaz et à la formation de boursouflures.

Donc, les lubrifiants ou les polymères se dégradent par dépolymérisation en chaîne ou décomposition aléatoire. De plus, les polymères se dégradent selon une gamme de températures et il est préférable que cette gamme soit assez large.

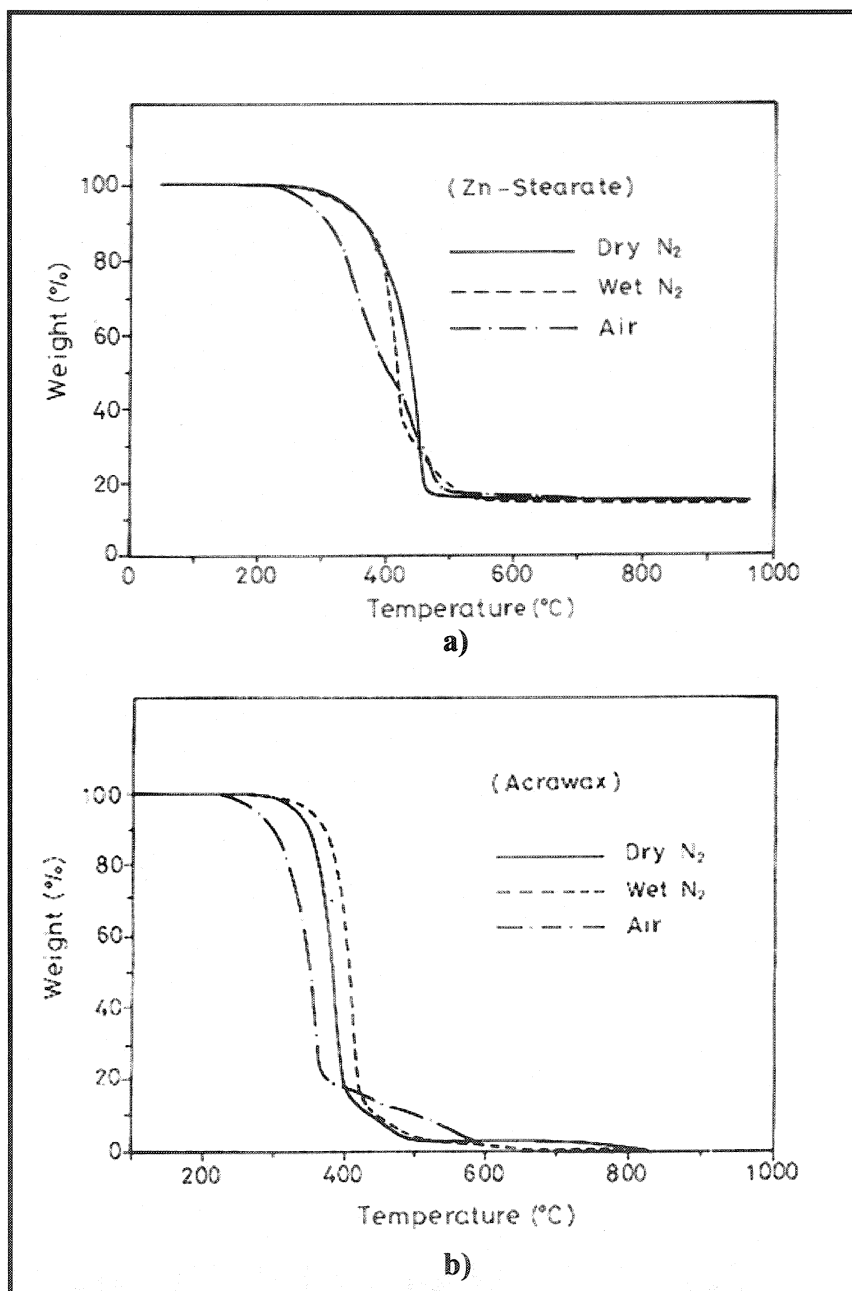


Figure 1.18 : Analyse thermogravimétrique illustrant le comportement de deux lubrifiants lors du frittage a) ZnSt et b) EBS (Hwang et al., 1992)

## CHAPITRE 2

### PROCÉDURES EXPÉRIMENTALES

---

#### ***2.1 Élaboration de mélanges expérimentaux***

Dans le cadre de ce projet, plusieurs mélanges différents ont dû être élaborés afin d'évaluer et d'optimiser les propriétés physiques et mécaniques de ces derniers en fonction de divers paramètres. Les mélanges étudiés se distinguaient par la nature et la quantité des lubrifiants employés ainsi que par les conditions de mélange (type de mélangeur, temps, etc.). Les poudres d'acier (MP35sp2, MP32, MP35) utilisées pour la conception de ces mélanges proviennent de la compagnie Domfer. Il est à noter que les mélanges réalisés étaient essentiellement composés de poudre de base, de graphite, de cuivre et d'une certaine quantité de lubrifiant. Plusieurs lubrifiants, certains conventionnels (ZnSt et EBS) et d'autres nouveaux (PS-1000B et Métallocenwax) ont été étudiés et comparés entre eux.



## **2.2 Type de mélangeurs employés pour la conception des mélanges**

Pour la conception des mélanges expérimentaux deux types de mélangeurs différents ont été utilisés. Le premier mélangeur est un mélangeur double cône qui est employé beaucoup en métallurgie des poudres pour la conception de mélanges. Ce mélangeur, illustré à la figure 2.1, est considéré comme un mélangeur de basse intensité et il a la particularité de tourner le long de son axe central permettant à la poudre de tomber sur elle-même. Cette méthode de mélange n'est pas recommandée lorsque l'on mélange des matériaux ayant des densités très différentes étant donné que le mélange est difficile à stabiliser à la fin rendant difficile l'obtention d'une uniformité de mélange en mélange.

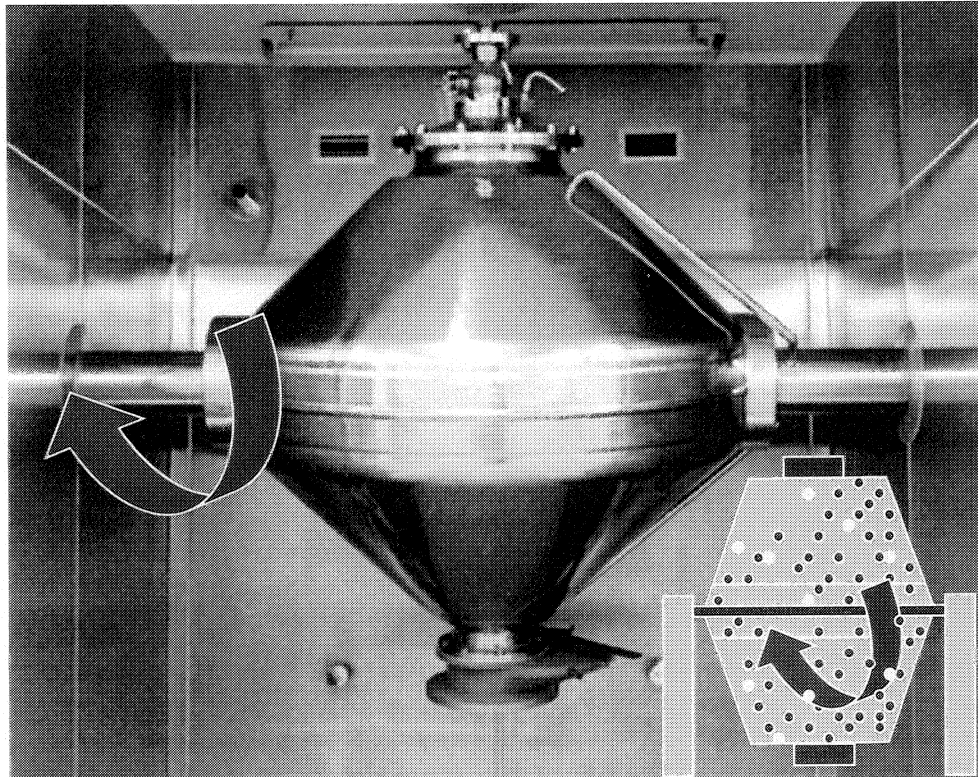


Figure 2.1 : Mélangeur double cône utilisé pour la conception des mélanges

Un autre mélangeur, beaucoup plus énergétique qu'un mélangeur double cône, a également été employé. Ce dernier, illustré aux figures 2.2 et 2.3, est un mélangeur à fluidisation mécanique et il a la particularité d'entraîner un taux de cisaillement important. Il est à noter que ce mélangeur n'est pratiquement pas utilisé jusqu'à ce jour dans le contexte de la métallurgie des poudres.

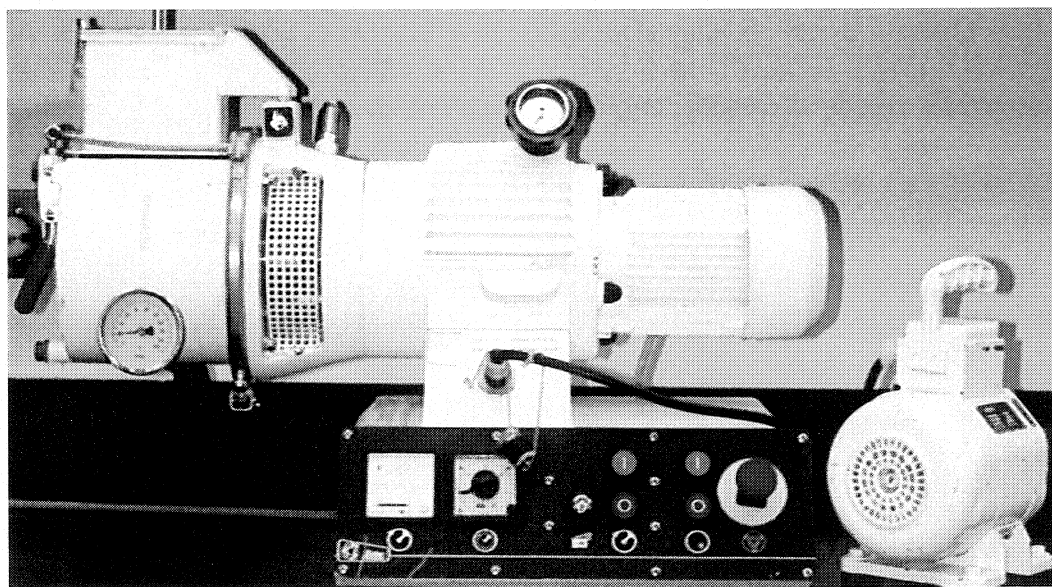


Figure 2.2 : Mélangeur à fluidisation mécanique utilisé pour l'élaboration de mélanges

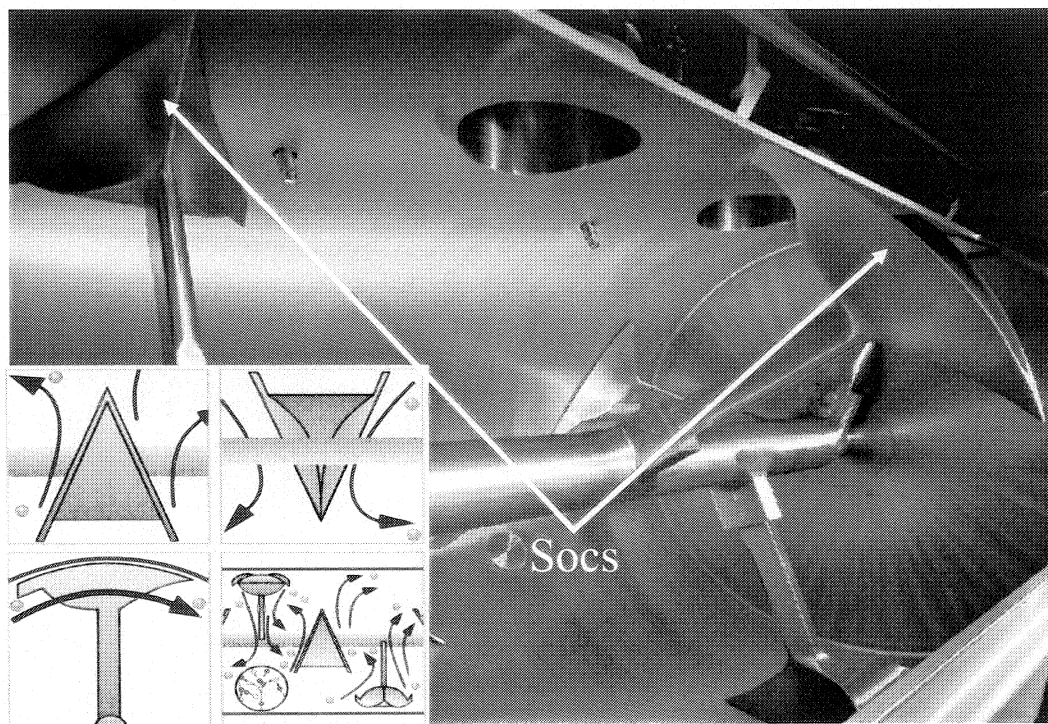


Figure 2.3 : Intérieur du mélangeur à fluidisation mécanique

Ce mélangeur fluidise mécaniquement la poudre et les additifs. De plus, il est pensé que le mouvement résultant du tourbillonnement entraîne des collisions faisant en sorte que les particules de métal se frottent entre elles et s'arrondissent. De plus, avec cette action les additifs s'insèrent dans les crevasses, les fissures ou à la surface des particules de poudre. L'action des socs permet également une excellente dispersion du lubrifiant. En effet, une portion du lubrifiant est enduite à la surface des particules et le reste est distribué à l'intérieur du mélange de sorte que ces particules libres de lubrifiant puissent migrer vers les parois de la matrice durant le pressage. Ce mélangeur offre également la possibilité d'éviter un problème important en métallurgie des poudres, la ségrégation,

étant donné que le déchargement du mélangeur s'effectue lorsque ce dernier est en fonction (on vide le mélangeur tout en mélangeant).

Le mélangeur à fluidisation mécanique qui a été utilisé et étudié possède une capacité effective de 20 lbs et il est muni de 4 socs à vitesse variable (entre 0 et 625 RPM). De plus, il est équipé de couteaux à haute vitesse tournant à une vitesse de 3000 RPM. Il est également possible, avec ce mélangeur, d'effectuer des mélanges à des températures plus élevées que l'ambiante étant donné qu'il est muni d'un caisson où l'on peut faire circuler un fluide chaud.

### ***2.3 Mesure des propriétés physiques et mécaniques***

Les procédures standards MPIF 1998 (Metal Powder Industries Federation) ont été utilisées pour mesurer la majorité des propriétés physiques et mécaniques associées aux mélanges réalisés. Ces propriétés sont l'écoulement, la densité apparente, la compressibilité et la résistance à vert. Cependant, des procédures inexistantes selon les normes MPIF ont dû être développées afin de pouvoir caractériser certaines propriétés comme par exemple la résistance à l'émission de poussière. Les diverses méthodes utilisées sont décrites dans cette section.

### **2.3.1 Mesure de l'écoulement**

L'écoulement d'un mélange a été déterminé comme le stipule la norme MPIF no. 03. L'écoulement s'obtient en mesurant le temps nécessaire pour écouler complètement 50 g du mélange à caractériser dans un entonnoir de type Hall. Il est à noter qu'un entonnoir de type Hall est caractérisé par un orifice de 2,54 mm.

### **2.3.2 Mesure de la densité apparente**

La densité apparente est mesurée selon la norme MPIF no. 04. Pour mesurer la densité apparente, il faut avoir recours à un entonnoir de type Hall et à un contenant de volume connu (cylindre standardisé possédant un volume de  $25 \pm 0,3 \text{ cm}^3$  et un diamètre intérieur de  $28 \pm 0,5 \text{ mm}$ ). En effet, le cylindre de volume connu est rempli au moyen de poudres s'écoulant par l'entremise de l'entonnoir de type Hall. Il est à noter que la distance entre l'entonnoir de type Hall et le haut du contenant doit être de 2,54 cm. Par la suite, l'excédant de poudres est enlevé en prenant bien soin de ne pas tasser la poudre se trouvant à l'intérieur du cylindre étant donné que ceci entraînerait une augmentation de la densité apparente. Une fois le contenant rempli, il faut peser le poids de la poudre se trouvant à l'intérieur de ce dernier et le diviser par le volume du cylindre afin d'obtenir la valeur de la densité apparente du mélange.

### **2.3.3 Mesure de la compressibilité**

Les courbes de compressibilité des différents mélanges ont pu être établies selon la norme MPIF no. 45. Pour ce faire, il faut peser et presser des échantillons de 16 g à différentes pressions. Il est à noter que les échantillons sont pressés à l'aide d'une matrice standardisée ayant une section rectangulaire de 31,75 mm par 12,70 mm donnant des barres de flexion. Les pressions utilisées pour réaliser les différentes courbes de compressibilité étaient de 276, 414, 552 et 689 MPa (20, 30, 40 et 50 tsi). Une fois la barre pressée, il suffit de déterminer son épaisseur à l'aide d'un micromètre ce qui permet de calculer son volume étant donné que la section est connue. Ainsi, connaissant le volume et le poids de la barre de flexion, il est possible de déterminer la densité à vert. Les courbes de compressibilité correspondent donc aux densités obtenues en fonction des pressions de compaction.

### **2.3.4 Mesure de la résistance à vert**

La mesure des résistances à vert a été effectuée selon la norme MPIF no. 15, c'est-à-dire en utilisant un montage de flexion trois points. La résistance à vert est définie comme étant la contrainte maximale que peut supporter une barre de flexion avant que cette dernière soit frittée. Par conséquent, tout comme dans le cas de la mesure de la compressibilité, des barres de flexion doivent être produites. Par contre, dans le cas

présent, les échantillons doivent avoir une épaisseur constante de  $6,35 \pm 0,13$  mm. Ainsi, il faut varier le poids des échantillons afin d'obtenir les densités désirées. Les résistances à vert ont été évaluées pour différentes densités dépendant de la poudre de base utilisée. En effet, des barres de flexion ont été pressés à des densités de  $6,8 \text{ g/cm}^3$  et  $7,0 \text{ g/cm}^3$  pour les poudres MP32 et MP35 alors que les densités étaient de  $7,0 \text{ g/cm}^3$  et de  $7,2 \text{ g/cm}^3$  pour la poudre MP35sp2. Ainsi, des quantités de 17,41 g, 17,82 g et de 18,43 g respectivement ont été pesées afin d'atteindre ces densités.

### **2.3.5 Mesure de la quantité de carbone**

Lors de l'évaluation de certaines propriétés, il faut mesurer la quantité de carbone présente dans le mélange. En effet, pour vérifier l'homogénéité des mélanges, la quantité de carbone est mesurée sur différents échantillons du mélange considéré. De plus, lors de la caractérisation de la résistance au poussierage, il faut se baser sur la quantité de carbone présente dans le mélange d'où la nécessité de cette mesure. Pour évaluer les teneurs en carbone, un appareil de marque LECO modèle CS-444LS a été utilisé. Il est à noter que cet appareil est calibré quotidiennement.

### 2.3.6 Mesure de la résistance au poussierage

Bien qu'il n'existe pas de norme MPIF permettant de caractériser la résistance au poussierage, il a été possible de trouver une méthode dans un brevet (US patent 4,834,800) qui décrivait une façon d'évaluer cette propriété. Il a alors été possible de développer notre propre méthode en se basant sur celle décrite dans le brevet. En fait, le montage expérimental est le même que dans le brevet, mais la méthode de quantification diffère. En effet, dans le brevet, c'est le poids perdu sur un échantillon de 25 g qui est mesurée alors que notre méthode est basée sur la perte de la teneur en carbone étant donné que ce dernier est l'élément le plus volatile et qu'il est le plus susceptible d'être perdu en poussière. L'équipement nécessaire pour évaluer la résistance au poussierage des mélanges est présenté à la figure 2.4. Le montage se compose d'un tube de verre cylindrique d'une longueur d'environ 17 cm et ayant un diamètre de 2,54 cm monté verticalement sur un erlenmeyer de 2 litres muni d'une entrée sur le côté pour faire passer de l'azote. De plus, le tube de verre est doté d'un tamis ayant une ouverture de 400 mailles (38  $\mu\text{m}$ ) situé à 2,5 cm au-dessus de l'erlenmeyer. Ainsi, un échantillon de 25 g est déposé sur le tamis et un débit d'azote de 2 l/min est envoyé à travers le tube pendant 15 minutes tel que l'illustre la figure 2.5. La résistance au poussierage correspond donc à la perte de carbone au cours de l'essai. Par conséquent, la teneur en carbone a été évaluée avant et après l'essai conformément à la méthode décrite à la section 2.3.5.



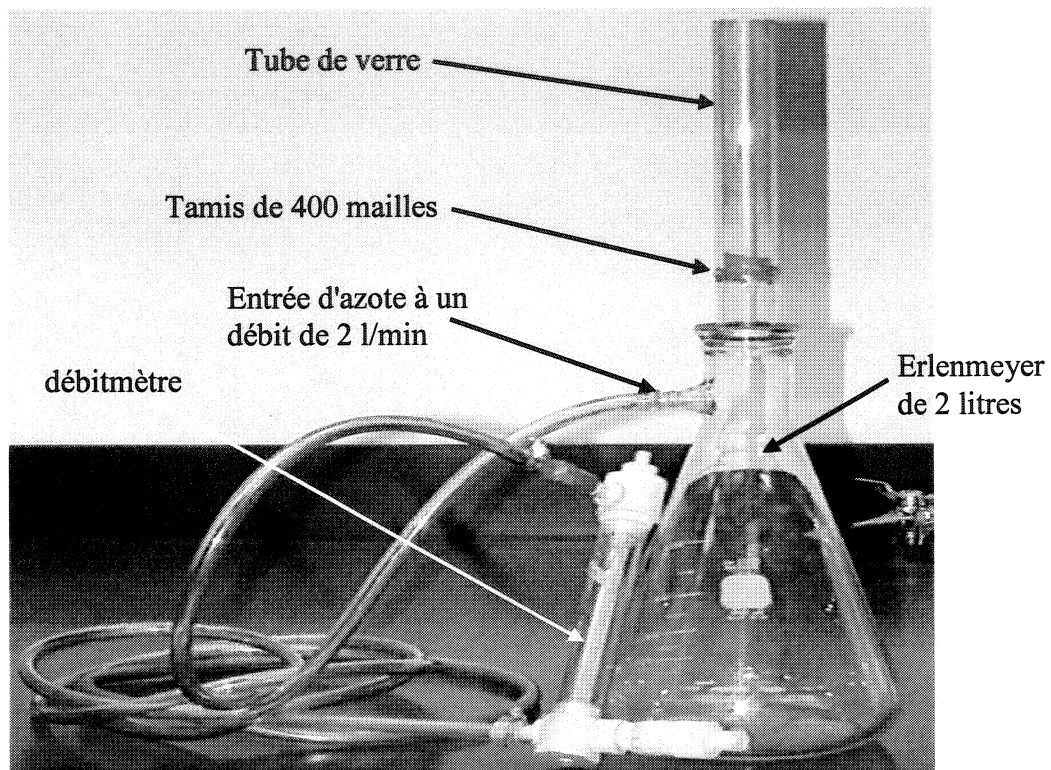


Figure 2.4 : Montage expérimental employé pour mesurer la résistance au poussierage

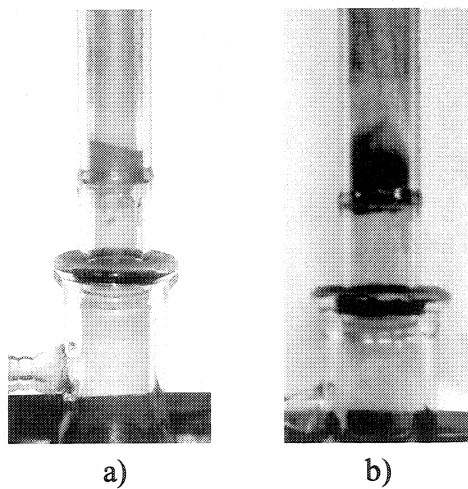


Figure 2.5 : a) Montage avant l'essai de poussierage b) Essai de poussierage en cours

### **2.3.7 Mesure des forces d'éjection**

Pour mesurer les forces d'éjection, il a été nécessaire d'envoyer des échantillons des mélanges de poudre que l'on désirait évaluer dans un laboratoire spécialisé étant donné que l'équipement approprié n'était pas disponible à l'École Polytechnique. L'appareil utilisé était une presse de type Tinius Olsen Super L Universal Testing Machine ayant une capacité de 120 000 lbf. Les comprimés étaient des barres de flexion ayant une largeur de 12,7 mm et une longueur de 31,75 mm. Les résultats fournis étaient le pic d'éjection et une force moyenne déterminée une seconde après le pic d'éjection. Il est à noter que la force moyenne constitue normalement une meilleure évaluation de l'éjection des comprimés étant donné qu'il y a plus de variations entre les mesures obtenues pour les pics d'éjection que la force moyenne d'un même mélange.

### **2.3.8 Détermination et reconstruction de granulométries**

La distribution de la granulométrie a été évaluée selon la norme standard MPIF no. 05. En effet, un échantillon de poudre de base de 100 g était tamisé pendant 15 minutes à l'aide de tamis ayant des ouvertures de 60 mailles (250  $\mu\text{m}$ ), 80 mailles (180  $\mu\text{m}$ ), 100 mailles (150  $\mu\text{m}$ ), 140 mailles (106  $\mu\text{m}$ ), 200 mailles (75  $\mu\text{m}$ ) et 325 mailles (45  $\mu\text{m}$ ). À la fin du tamisage, la poudre contenue dans chaque tamis est pesée et le résultat est converti en pourcentage. Il est à noter qu'un intervalle de confiance de 95% de

répétitivité (pour des mesures effectuées avec les mêmes tamis) pour chacune des tranches granulométriques peut être calculé selon l'équation suivante, tel que le stipule la norme :

$$R = 0,4 + 0,03 * [SF]$$

Où [SF] est le pourcentage retenu dans le tamis considéré.

Des reconstructions granulométriques ont dû être effectuées afin d'éliminer ce facteur lors de l'étude de certains paramètres. En effet, pour comparer entre eux des mélanges, ces derniers doivent avoir la même granulométrie étant donné la grande influence de celle-ci sur les diverses propriétés. Pour effectuer une reconstruction granulométrique, il suffit de tamiser la poudre afin de la séparer selon les tailles spécifiées précédemment. Ensuite, selon la quantité de poudre désirée dans le mélange, on ajuste la quantité de chacune des tranches granulométriques selon un certain pourcentage, ce pourcentage sera le même pour tous les mélanges comparés entre eux.

## ***2.4 Caractérisation microstructurale***

La caractérisation microstructurale de certains mélanges a été effectuée par microscopie électronique à balayage (MEB). Pour ce faire, un MEB JEOL JSM-840 muni d'un spectromètre à dispersion d'énergie a été utilisé. Des observations sur les particules elles-mêmes ont été réalisées afin de déterminer l'effet des mélangeurs, plus précisément du mélangeur à fluidisation mécanique, sur la morphologie de la poudre de base.

## ***2.5 Calorimétrie différentielle à balayage et analyse thermogravimétrique***

La caractérisation d'un nouveau lubrifiant employé lors de la conception de certains mélanges a été effectuée notamment à l'aide de la technique de la calorimétrie différentielle à balayage (DSC) et d'une analyse thermogravimétrique. Le DSC et l'analyse thermogravimétrique ont été réalisés à l'aide d'un appareil Setaram. Le modèle de l'appareil utilisé pour le DSC est DSC131 alors que celui de la thermobalance est Setsys 16/18.

L'analyse DSC est une technique utilisée pour étudier ce qui arrive aux substances polymériques lorsqu'elles sont chauffées. Cette technique sert à étudier les transitions thermiques d'un polymère (changements intervenant dans un polymère lorsqu'il est chauffé). Le polymère est chauffé dans un dispositif dans lequel, il y a deux récipients.

Dans l'un des deux, le récipient témoin, un échantillon de la substance est introduit alors que l'autre est laissé vide et il constitue la référence. Les deux récipients sont chauffés graduellement à un taux constant dans une atmosphère d'azote. Chaque récipient contient un thermocouple relié à un ordinateur et ce dernier fait la différence entre la température de l'échantillon et celle de la référence, et les convertit en flux de chaleur. Par conséquent, la température est tracée sur l'axe des abscisses alors que la différence de chaleur entre les deux récipients est tracée sur l'axe des ordonnées.

L'analyse thermogravimétrique (ATG) est une méthode qui permet de mesurer les variations de masse d'un échantillon au cours de son chauffage. Par conséquent, au cours d'une analyse par ATG, l'échantillon est chauffé avec une montée en température constante et la variation de masse est enregistrée en fonction de la température. Cette technique permettra notamment d'évaluer le comportement des lubrifiants lors du frittage.

## Chapitre 3

### Étude de différents paramètres de mélange sur les propriétés physiques et mécaniques des lubrifiants conventionnels

---

#### 3.1 Introduction :

Comme il a été mentionné précédemment, les lubrifiants sont à la fois nécessaires et dommageables dans un mélange de poudres métalliques. Ainsi, la réduction de leur quantité s'avérerait positive pour l'ensemble des propriétés. Or, une façon proposée est de mélanger le lubrifiant avec la poudre d'une manière plus efficace ce qui pourrait peut-être entraîner une réduction de la quantité de lubrifiant. Ainsi, deux types de mélangeur, tel que décrit dans la section 2.2, ont été expérimentés : un mélangeur double cône et un mélangeur à fluidisation mécanique. Il est à noter que le mélangeur double cône est utilisé depuis longtemps en métallurgie des poudres. Par contre, le mélangeur à fluidisation mécanique n'est que très peu utilisé jusqu'à ce jour dans le contexte de la métallurgie des poudres (malgré des recherches dans le marché, aucune utilisation d'un tel mélangeur n'a pu être confirmée, peut-être à cause de secret).

Le mélangeur à fluidisation mécanique pourrait permettre l'obtention d'une meilleure homogénéité au niveau des mélanges, donc une technique de mélange plus efficace et précise ce qui offrirait l'opportunité de réduire quelque peu la quantité de lubrifiant nécessaire dans un mélange. Il s'avère donc intéressant de vérifier l'effet de ce mélangeur

sur les propriétés (écoulement, densité apparente, compressibilité, résistance à vert) des mélanges contenant des lubrifiants traditionnels et non traditionnels. Par conséquent, ce chapitre présente les résultats obtenus avec ce nouveau mélangeur par rapport à un mélangeur double cône ainsi que l'étude de différents paramètres de mélange.

### ***3.2 Élaboration de mélanges avec le mélangeur à fluidisation mécanique***

Dans le but de vérifier l'impact du nouveau mélangeur à fluidisation, des mélanges contenant des lubrifiants conventionnels ont été réalisés étant donné que leur comportement est relativement bien connu (voir la section 1.3.1). Par conséquent, six mélanges d'environ 9 kg (20 lbs) avec des lubrifiants conventionnels tels que le ZnSt et l'EBS ont été élaborés dans les mélangeurs double cône (2 mélanges) et à fluidisation mécanique (4 mélanges). Ces mélanges ont permis d'évaluer l'effet du temps de mélange sur les diverses propriétés physiques et mécaniques, de comparer l'efficacité de ce nouveau mélangeur par rapport à un double cône et de vérifier la possibilité de réduire leur quantité. Le tableau 3.1 résume les mélanges réalisés ainsi que les paramètres utilisés.

Tableau 3.1 : Mélanges réalisés et paramètres de mélange

Poudre de base	Additifs (% poids)	Lubrifiant (% poids)	Mélangeur	Vitesse du mélangeur (RPM)	Temps (min)
MP 35	1% graphite 2% cuivre	0,75% ZnSt	Double cône	-	15
MP 35	1% graphite 2% cuivre	0,75% ZnSt	Fluidisation mécanique	300	15
MP 35	1% graphite 2% cuivre	0,55% ZnSt	Fluidisation mécanique	300	15
MP 35	1% graphite 2% cuivre	0,75% EBS	Double cône	-	15
MP 35	1% graphite 2% cuivre	0,75% EBS	Fluidisation mécanique	300	15
MP35	1% graphite 2% cuivre	0,55% EBS	Fluidisation mécanique	300	15

Il est à noter que lors de la conception des mélanges dans le mélangeur à fluidisation mécanique, des échantillons étaient prélevés après 1, 2, 4, 6, 10 et 15 minutes de mélange afin de vérifier l'effet du temps de mélange sur les propriétés. De plus, il faut préciser que les couteaux à haute vitesse n'étaient pas en fonction. À la suite de ces mélanges, l'ensemble des propriétés comme l'écoulement, la densité apparente, la compressibilité, la résistance à vert et les forces d'éjection ont été mesurées. Cependant, les valeurs obtenues pour chacune des propriétés diffèrent des valeurs typiques de la poudre MP35 étant donné que la poudre de base fournie avait une granulométrie beaucoup plus grossière qu'habituellement (voir tableau 3.2). Ainsi, les valeurs au niveau de l'écoulement, de la densité apparente et de la compressibilité seront surestimées alors que la résistance à vert sera sous-estimée par rapport à un lot de MP35 conventionnel. Par contre, étant donné que les résultats sont toujours comparés avec des mélanges standards réalisés avec la même poudre de base, les conclusions obtenues seront valables et les



tendances obtenues seront reproductibles pour d'autres granulométries. Le tableau 3.2 montre la granulométrie de la poudre utilisée pour cette série d'essais.

Tableau 3.2 : Granulométrie de la poudre utilisée pour démontrer l'efficacité du mélangeur à fluidisation mécanique

Ouverture des tamis	Granulométrie de la poudre utilisée pour les essais (% poids)	Granulométrie typique de la MP35 (% poids)
+ No. 60	0	0
+ No. 80	9,4	2,9
+ No. 100	12,6	9,2
+ No. 140	29,8	22,1
+ No. 200	23,6	24,8
+ No. 325	16,5	26,8
- No. 325	8,1	14,2

### 3.2.1 Mesure de l'écoulement

La figure 3.1 présente les résultats d'écoulement obtenus pour les divers mélanges décrits précédemment. La mesure de l'écoulement a été effectuée selon la méthode décrite à la section 2.3.1.

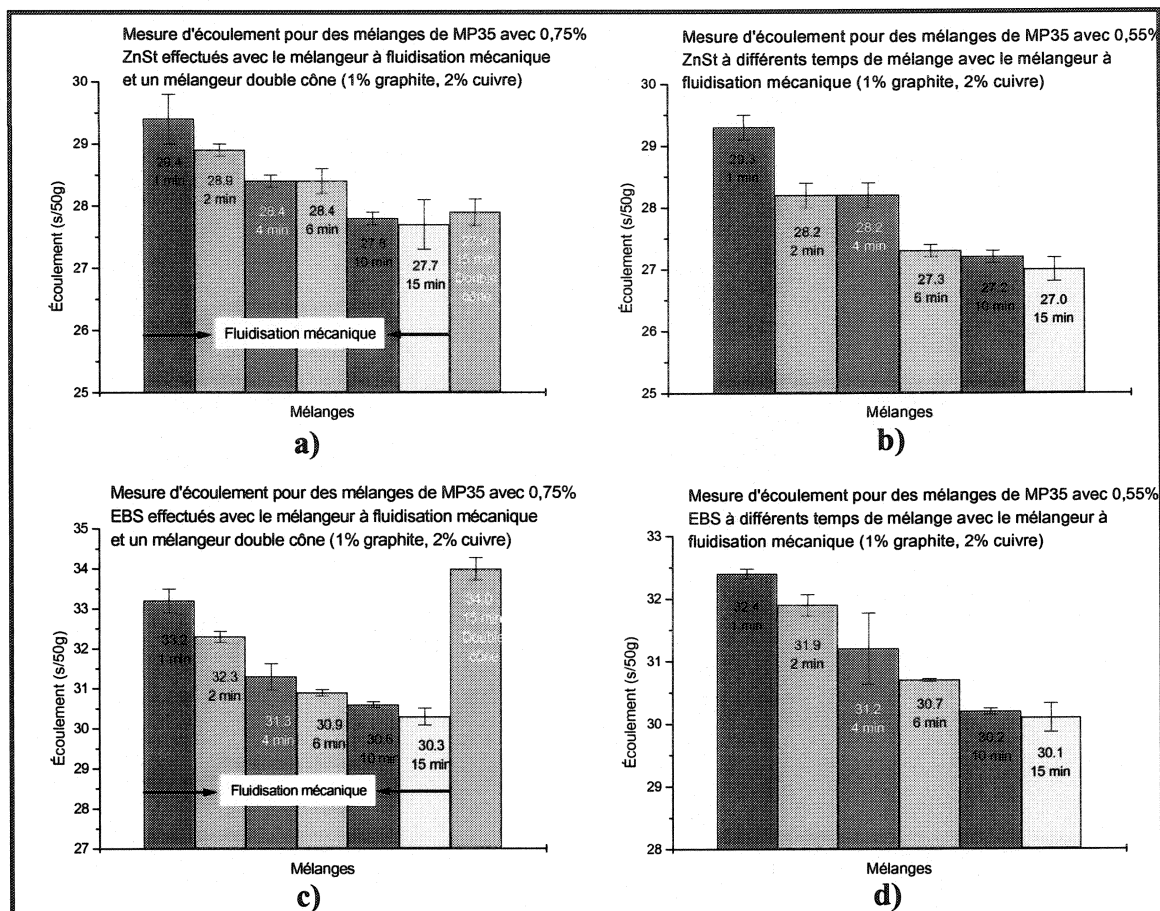


Figure 3.1 : Écoulement pour divers temps de mélange dans les mélangeurs à fluidisation mécanique et double cône a) 0,75% ZnSt, b) 0,55% ZnSt, c) 0,75% EBS et d) 0,55% EBS

À l'aide de la figure 3.1, il est remarqué que l'utilisation d'un mélangeur à fluidisation mécanique a permis d'obtenir des propriétés similaires à un mélangeur de type double cône et ce pour un temps de mélange inférieur. En effet, dans le cas des mélanges avec du ZnSt, un écoulement similaire a été obtenu pour un temps de mélange inférieur à 10 minutes (27,8 sec/50g pour 10 minutes dans le mélangeur à fluidisation mécanique comparativement à 27,9 sec/50g pour 15 minutes dans le double cône). Avec l'EBS, un temps de mélange d'une minute avec le mélangeur à fluidisation a donné un meilleur écoulement qu'un mélange réalisé avec un double cône pendant 15 minutes (33,2 sec/50g

pour 1 minute dans le mélangeur à fluidisation mécanique par rapport à 34 sec/50g dans le mélangeur double cône). De plus, l'écoulement est amélioré avec une augmentation du temps de mélange dans le mélangeur à fluidisation mécanique. Des gains de 2 à 3 secondes ont été obtenus pour un temps de mélange de 15 minutes comparativement à une minute. Par exemple, avec le ZnSt, un écoulement de 29,4 sec/50g a été obtenu pour une minute de mélange dans le mélangeur à fluidisation mécanique comparativement à 27,7 sec/50g pour 15 minutes.

### **3.2.2 Mesure de la densité apparente**

Des mesures de densité apparente ont également été réalisées sur ces mélanges afin de déterminer l'effet du mélangeur à fluidisation mécanique sur cette propriété. La figure 3.2 montre les résultats de densité apparente obtenus.

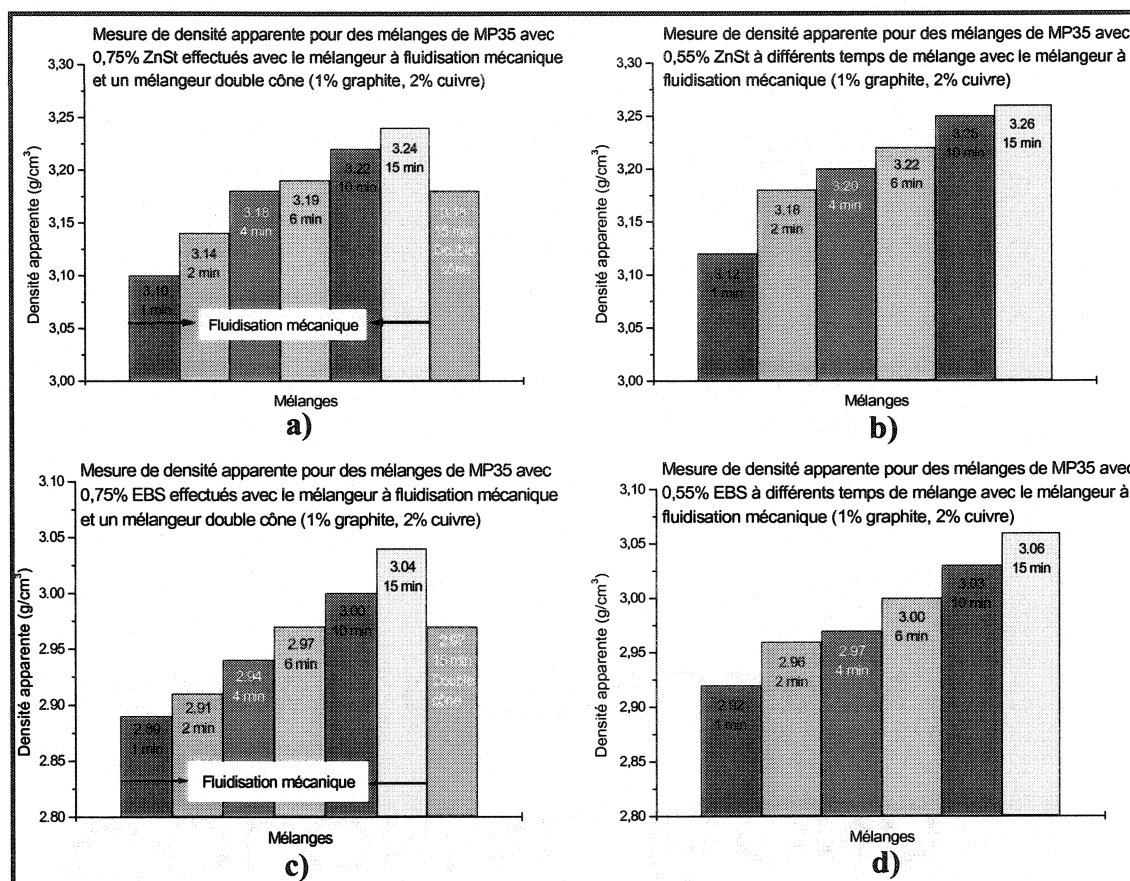


Figure 3.2 : Densité apparente pour divers temps de mélange dans les mélangeurs à fluidisation mécanique et double cône a) 0,75% ZnSt, b) 0,55% ZnSt, c) 0,75% EBS et d) 0,55% EBS

Tout comme dans le cas de l'écoulement, le mélangeur à fluidisation mécanique a permis d'obtenir des propriétés similaires à un mélangeur double cône et ce pour des temps de mélange inférieurs. En effet, le mélange avec du ZnSt réalisé dans le mélangeur à fluidisation mécanique pendant 4 minutes a donné une densité apparente égale à celle obtenue pour un mélange réalisé dans un double cône pendant 15 minutes (densité apparente de  $3,18 \text{ g/cm}^3$  dans les deux cas). Le même résultat a été obtenu avec l'EBS à l'exception que le temps de mélange avec le mélangeur à fluidisation mécanique a été de

6 minutes pour avoir la même densité apparente que le mélangeur double cône pendant 15 minutes (densité apparente de  $2,97 \text{ g/cm}^3$ ). La figure 3.2 illustre aussi qu'une diminution de la quantité de lubrifiant entraîne une augmentation de la densité apparente tel qu'il était stipulé dans la revue de la littérature. Ceci s'explique par le fait que le lubrifiant a une densité beaucoup plus faible que la poudre et qu'une diminution de sa quantité contribue à augmenter la quantité de poudre dans un même volume et du même coup la densité apparente.

Il a été également observé dans les deux cas que l'augmentation du temps de mélange avec le mélangeur à fluidisation mécanique permettait d'améliorer continuellement la densité apparente du mélange et ce pour des quantités de 0,75% et de 0,55% de lubrifiant. Par exemple, dans le cas des mélanges avec 0,75% ZnSt, la densité apparente est passée de  $3,10 \text{ g/cm}^3$  pour une minute de mélange à  $3,24 \text{ g/cm}^3$  pour 15 minutes de mélange. Cette observation peut être attribuable à un changement de morphologie (arrondissement des particules) ou de taille des particules occasionnés par les socs à l'intérieur du mélangeur. En effet, les socs du mélangeur forcent les particules à se frotter les unes sur les autres de façon énergétique ce qui peut conduire à un arrondissement de ces dernières. L'hypothèse du changement de morphologie concorderait avec l'amélioration de l'écoulement observée avec l'augmentation du temps de mélange dû au fait que des particules sphériques favorisent un meilleur écoulement contrairement aux particules de forme irrégulière. Le changement de morphologie pourra également être confirmé avec la mesure de la résistance à vert alors que le changement de taille pourra être vérifié par

une analyse granulométrique. Des particules arrondies donneront des résistances à vert inférieures à cause de la diminution d'ancrage mécanique. Or, un mélangeur double cône ne changerait pas autant la forme des particules, ainsi si des résistances à vert plus faibles sont obtenues avec un mélangeur à fluidisation mécanique, il sera possible de conclure que les particules subissent un certain changement au niveau de leur morphologie. Par contre, il faut être prudent avant de tirer une telle conclusion, car une diminution de la taille des particules, entraînant l'augmentation de la résistance à vert, pourraient venir contrebalancer l'effet d'un arrondissement des particules. Il devient alors impératif d'effectuer des observations au MEB pour déterminer l'effet des socs et du même coup l'effet du temps de mélange étant donné que ces deux aspects sont directement liés (l'effet des socs est fonction du temps de mélange). Ceci est d'ailleurs traité dans la section 3.3. De plus, la formation de plus petites particules signifiera l'introduction de ces dernières dans les interstices des plus grosses particules et confirmera l'augmentation de la densité apparente. Il est à noter qu'une quantité optimale de fines particules permet d'atteindre une densité apparente maximale. Par conséquent, pour évaluer l'effet des socs sur les particules, il faut à la fois considérer un changement de morphologie et de taille des particules.

### 3.2.3 Mesure de la compressibilité

Les figures 3.3 et 3.5 montrent les courbes de compressibilité obtenues avec le mélangeur à fluidisation mécanique et différents temps de mélange comparativement à un mélangeur double cône. Les figures 3.4 et 3.6 illustrent l'effet d'une quantité moindre de lubrifiant sur la compressibilité.

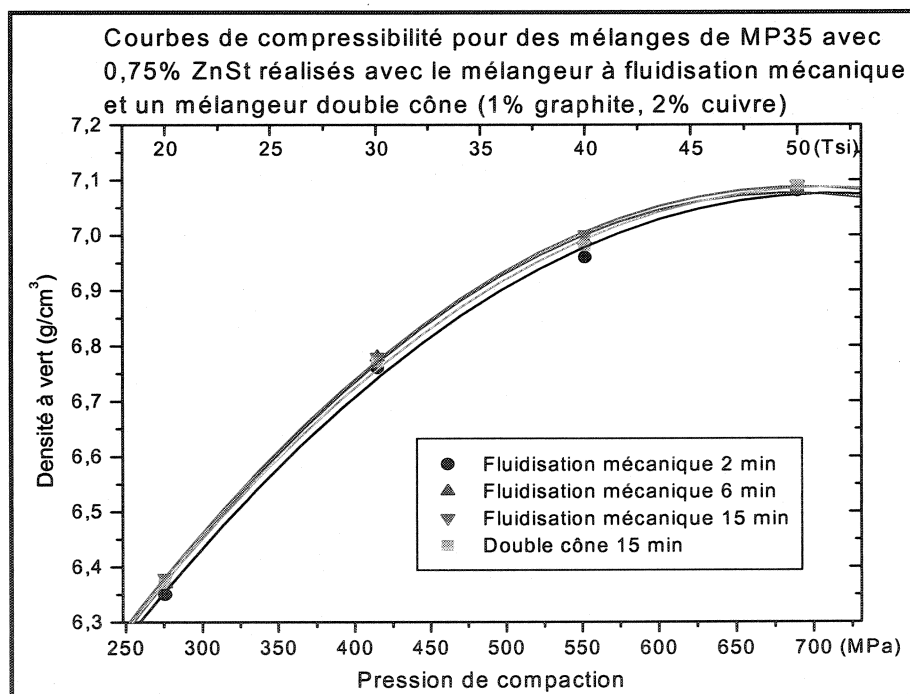


Figure 3.3 : Courbes de compressibilité pour les mélanges contenant 0,75% ZnSt

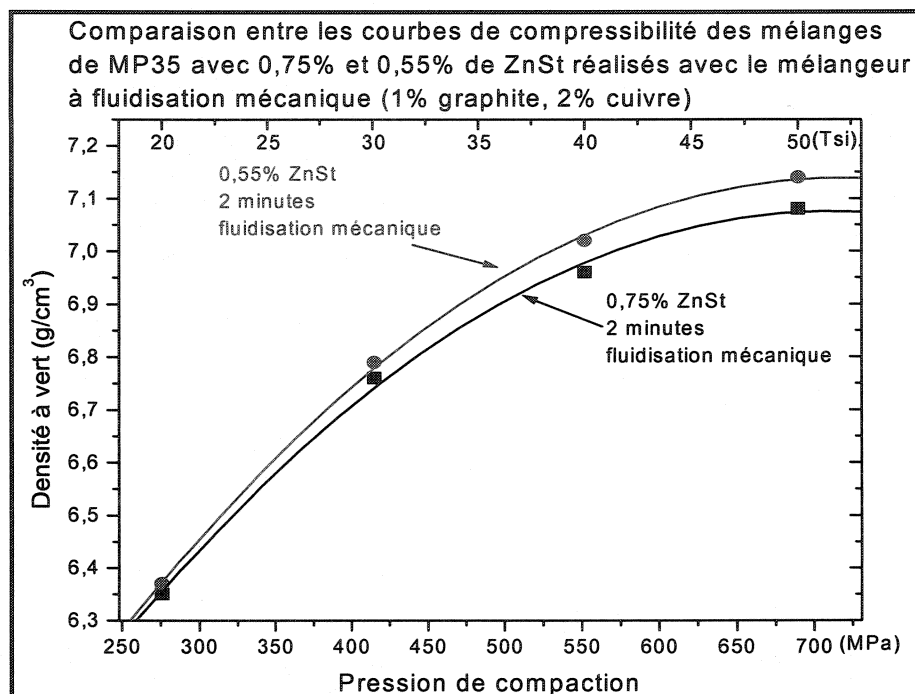


Figure 3.4 : Courbes de compressibilité montrant le gain obtenu avec 0,55% ZnSt comparativement à 0,75% ZnSt

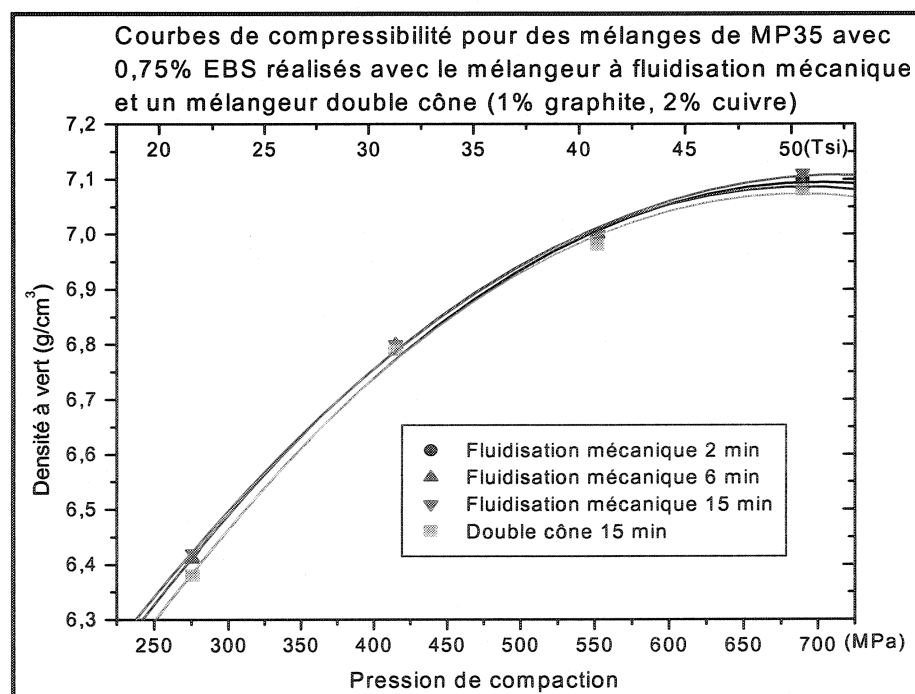


Figure 3.5 : Courbes de compressibilité pour les mélanges contenant 0,75% EBS



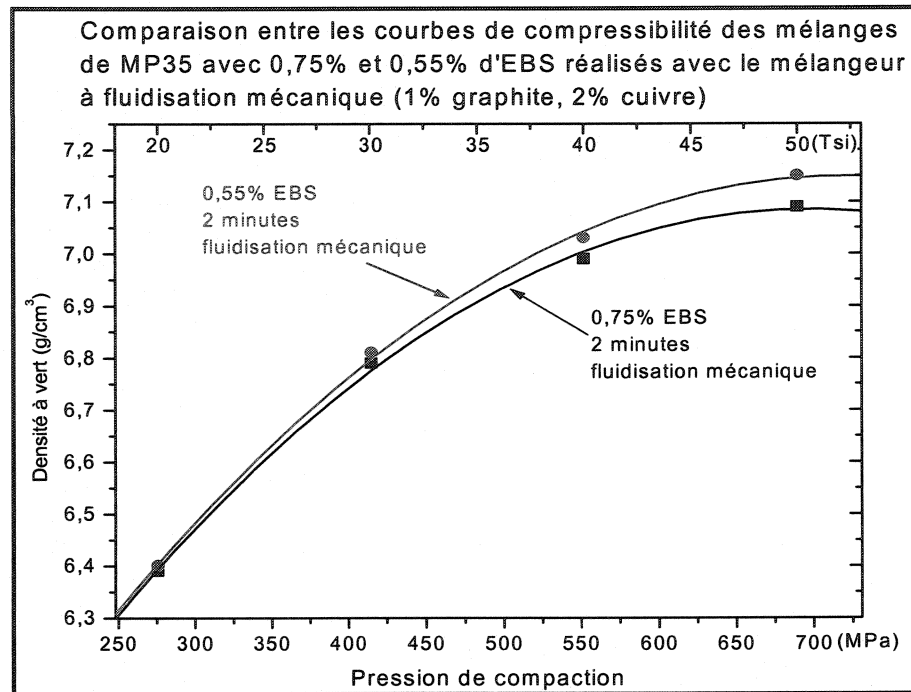


Figure 3.6 : Courbes de compressibilité montrant le gain obtenu avec 0,55% EBS comparativement à 0,75% EBS

Les courbes de compressibilité montrent, pour des quantités de 0,75% de ZnSt et l'EBS, qu'il est possible d'obtenir une compressibilité similaire avec des temps de mélange inférieurs en utilisant un mélangeur à fluidisation mécanique au lieu d'un mélangeur double cône pendant 15 minutes. En effet, les figures 3.3 et 3.5 illustrent qu'un temps de mélange de 2 minutes pour le ZnSt et EBS avec un mélangeur à fluidisation mécanique permet d'obtenir une compressibilité similaire à celle obtenue pour un même mélange réalisé dans un mélangeur double cône. Par exemple, un mélange contenant 75% ZnSt mélangé pendant 2 minutes dans le mélangeur à fluidisation mécanique a permis d'obtenir des densités de  $6,77 \text{ g/cm}^3$  et de  $7,08 \text{ g/cm}^3$  pour des pressions de 414 MPa (30 tsi) et de 689 MPa (50 tsi) comparativement à  $6,76 \text{ g/cm}^3$  et  $7,09 \text{ g/cm}^3$  pour le même mélange réalisé dans un mélangeur double cône pendant 15 minutes. De plus, une

augmentation de la compressibilité jusqu'à l'obtention d'une compressibilité maximale est observée lorsque le temps de mélange augmente. En effet, la compressibilité est légèrement plus élevée pour un temps de mélange de 6 minutes que de 2 minutes (elle augmente d'environ  $0,02 \text{ g/cm}^3$  ce qui a fait passer la densité de  $6,76 \text{ g/cm}^3$  à  $6,78 \text{ g/cm}^3$  pour une pression de compaction de 414 MPa (30 tsi)). Cependant, un temps de mélange excédant 6 minutes ne semble plus améliorer la compressibilité étant donné que des valeurs identiques sont obtenues pour des temps de mélange de 6 et 15 minutes (superposition des courbes sur les figures 3.3 et 3.5).

Lors de ces essais de compressibilité, l'effet d'une diminution de la quantité de lubrifiant a également pu être observée. Comme l'illustre les figures 3.4 et 3.6, une diminution de 0,2% de la quantité de lubrifiant entraîne un gain non négligeable au niveau de la compressibilité. De plus, tel qu'il est mentionné dans la littérature, ce gain devient de plus en plus important avec une augmentation de la pression de pressage. Par conséquent, pour une pression de 689 MPa (50Tsi), un gain de densité d'environ  $0,06 \text{ g/cm}^3$  a été obtenu pour le ZnSt et l'EBS, ce qui a permis d'obtenir une valeur identique de  $7,16 \text{ g/cm}^3$  pour les deux lubrifiants. Bien que nous ayons une augmentation de la compressibilité avec une diminution de la quantité de lubrifiant, il n'est peut-être pas envisageable d'utiliser une telle quantité de lubrifiant. En effet, il se peut que les forces d'éjection soient trop élevées. Cependant, l'utilisation du mélangeur à fluidisation mécanique permettra peut-être d'obtenir des forces d'éjection similaires à celles obtenues avec un mélangeur double cône et ce pour des quantités moindres de lubrifiant. Cette

hypothèse vient du fait que le mélangeur à fluidisation mécanique devrait être plus efficace qu'un mélangeur double cône (Toburen et al., 2002). Des essais au niveau des forces d'éjection ont donc été réalisés afin de vérifier la possibilité d'utiliser 0,55% de lubrifiant au lieu de 0,75% et ainsi obtenir, comme il a été démontré, une amélioration de l'ensemble des propriétés (voir section 3.2.5).

### **3.2.4 Mesure de la résistance à vert**

Les figures 3.7 et 3.8 montrent les valeurs de résistance à vert obtenues avec les mélanges réalisés dans les mélangeurs à fluidisation mécanique et double cône. Ces résultats de résistance à vert donneront également une indication de l'effet du mélangeur sur la morphologie et la taille des particules.

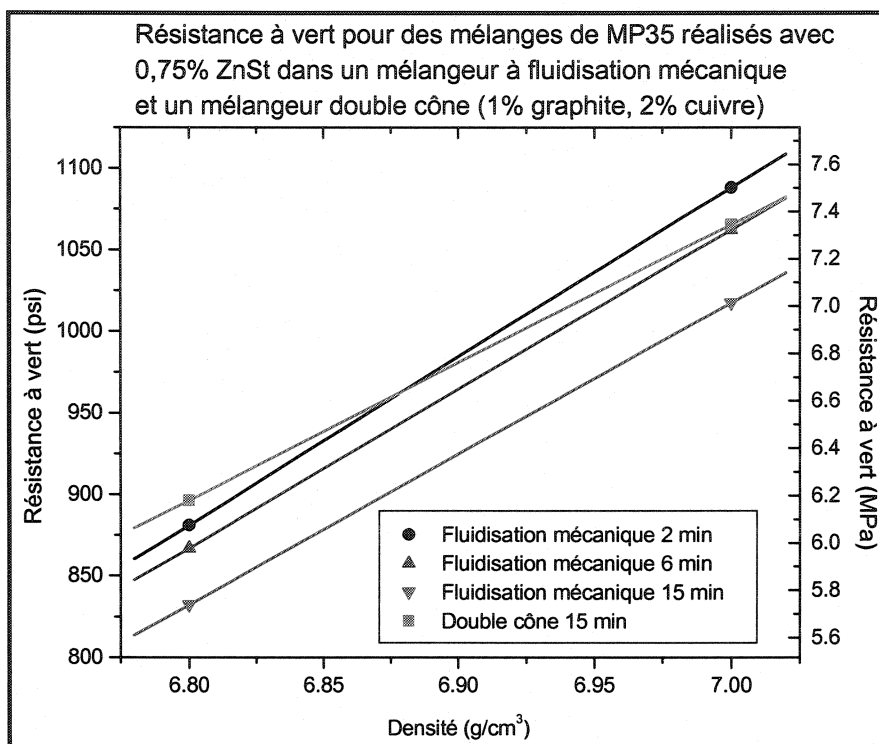


Figure 3.7 : Résistance à vert pour les mélanges avec 0,75% ZnSt

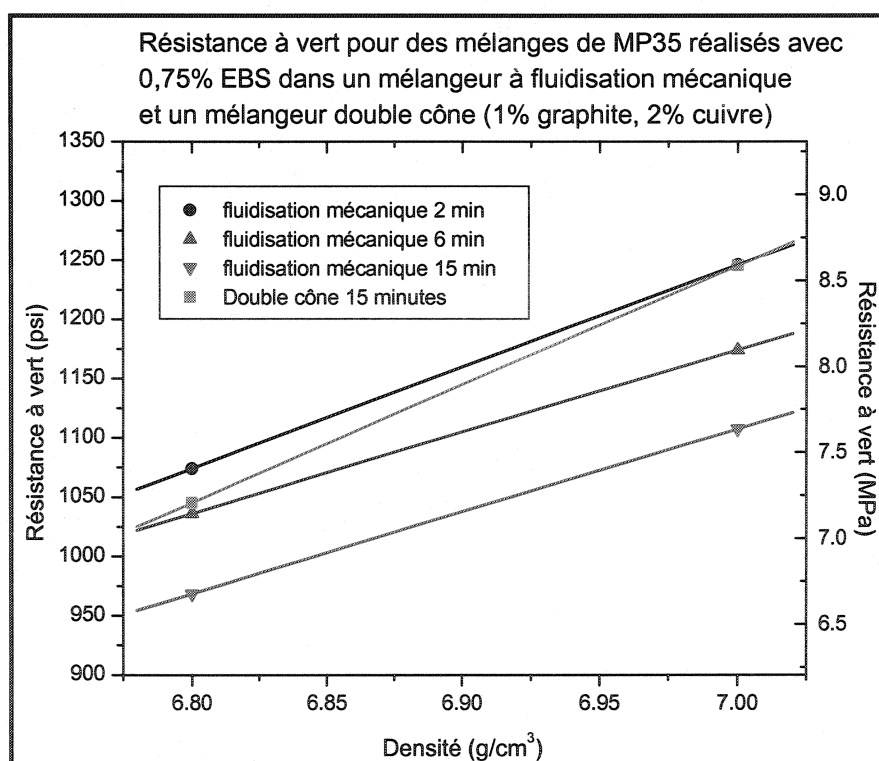


Figure 3.8 : Résistance à vert pour les mélanges avec 0,75% EBS

Les figures 3.7 et 3.8 montrent que la résistance à vert des mélanges réalisés avec le mélangeur à fluidisation mécanique varie en fonction du temps de mélange. En effet, sur les deux figures précédentes, il est observé qu'une augmentation du temps de mélange entraîne une diminution significative de la résistance à vert. Lorsque l'on compare les mélanges effectués pendant 2 et 15 minutes, une perte d'environ 6% pour le ZnSt et de 10% pour l'EBS a été observée au niveau de la résistance à vert. De plus, l'EBS a donné des valeurs de résistances à vert supérieures au ZnSt d'environ 0,5 à 1,5 MPa (73 à 218 psi). Par contre, bien que le mélangeur à fluidisation mécanique entraîne une diminution de la résistance à vert avec une augmentation du temps de mélange, il n'en demeure pas moins que pour un temps de mélange de 2 minutes, les valeurs obtenues sont similaires à celles mesurées pour le mélangeur double cône.

L'hypothèse selon laquelle le mélangeur à fluidisation mécanique entraînait un changement de morphologie des particules, dû au fait qu'il est très énergétique comparativement à un mélangeur double cône, semble être vérifiée. En effet, une diminution de la résistance à vert avec une augmentation du temps de mélange a été observée. De plus, le fait que la densité apparente augmentait pour des temps de mélange plus longs concorde également avec la possibilité que les particules subissent un changement de morphologie. Donc, avec cette diminution de la résistance à vert et l'augmentation de la densité apparente, nous pensons que les particules adoptent une forme plus sphérique due aux nombreuses collisions se produisant dans le mélangeur.

Ainsi, des observations au MEB devraient confirmer le changement de morphologie subi par les particules.

L'effet de la quantité de lubrifiant sur la résistance à vert a également été considéré. D'ailleurs, la figure 3.9 montre une comparaison entre l'utilisation de 0,75% et 0,55% de ZnSt et d'EBS.

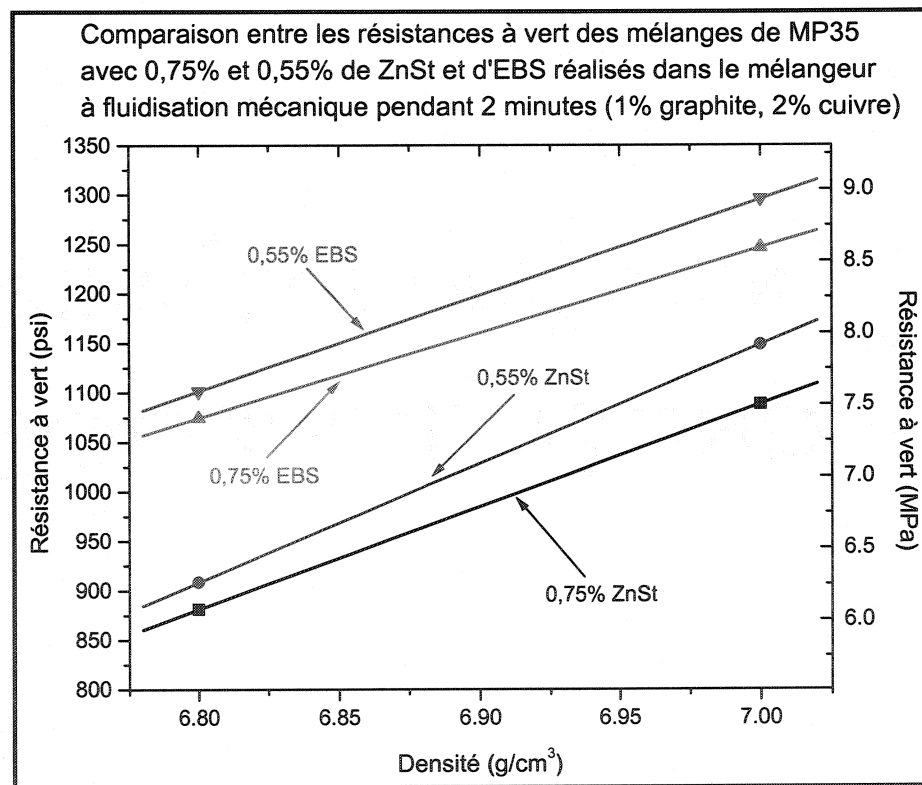


Figure 3.9 : Effet de la quantité de lubrifiant sur la résistance à vert

Les résultats de résistance à vert illustrés sur la figure 3.9 confirment ce qui était prévu dans la revue de la littérature, c'est-à-dire que l'utilisation d'une quantité moindre de lubrifiant améliore la résistance à vert des comprimés. En effet, l'utilisation moindre de

lubrifiant favorise l'augmentation du nombre de contacts métal-métal et le micro soudage entre les particules. Ces deux phénomènes sont responsables de l'obtention d'une résistance à vert plus élevée. Ainsi, pour les deux lubrifiants considérés, il a été possible d'obtenir une amélioration moyenne de la résistance à vert d'environ 160 kPa (23 psi) pour une densité de  $6,8 \text{ g/cm}^3$  et d'environ 400 kPa (58 psi) pour une densité de  $7,0 \text{ g/cm}^3$ . Il appert donc que les gains au niveau de la résistance à vert sont plus importants pour des densités plus élevées. Cette dernière observation s'explique par le fait qu'une augmentation de la densité (augmentation de la pression de compaction) entraîne l'augmentation du nombre de contacts entre les particules. Par conséquent, pour des pressions de compaction élevées, une quantité moindre de lubrifiant permet d'obtenir un plus grand nombre de contacts métal-métal entre les particules que ne le permettrait une quantité conventionnelle (0,75%) de lubrifiant. Ceci s'explique par le fait que les particules de poudre subissent une plus grande déformation lorsque la pression de compaction est élevée si bien que l'interférence du lubrifiant au niveau des contacts entre les particules devient plus importante qu'elle ne l'est pour des faibles pressions de compaction.

### **3.2.5 Mesure des forces d'éjection**

À ce point, les bénéfices associés à une réduction de la quantité de lubrifiant ont été démontrés. Ainsi, la mesure des forces d'éjection a pour but de valider l'hypothèse selon laquelle une quantité moindre de lubrifiant pourrait être utilisée dans le mélangeur à

fluidisation mécanique comparativement à un mélangeur double cône. Les résultats concernant le pic d'éjection ainsi que la force moyenne d'éjection sont illustrés aux figures 3.10 et 3.11.

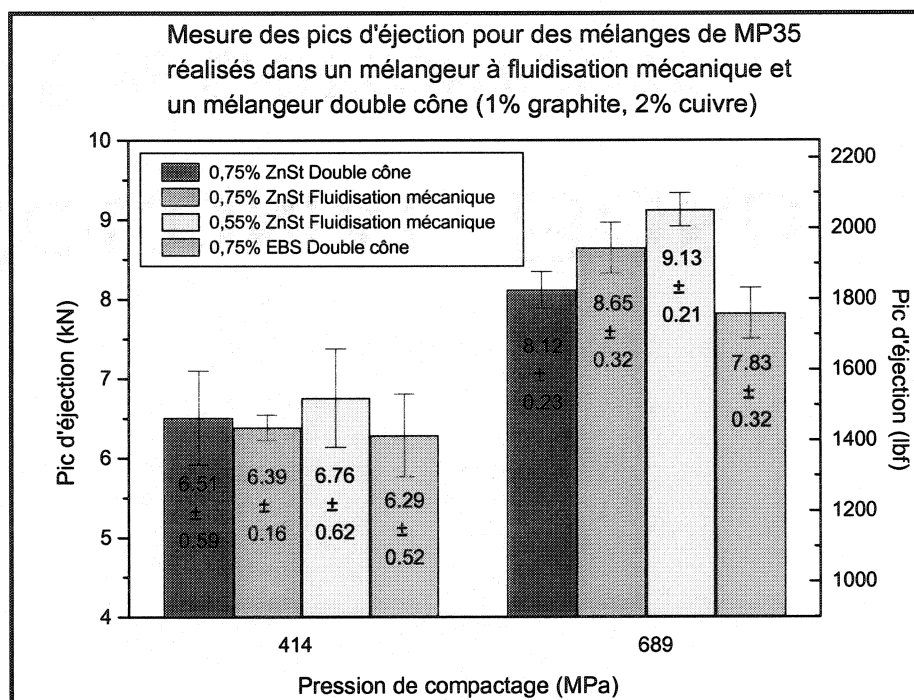


Figure 3.10 : Mesure des pics d'éjection pour les mélanges avec du ZnSt et de l'EBS



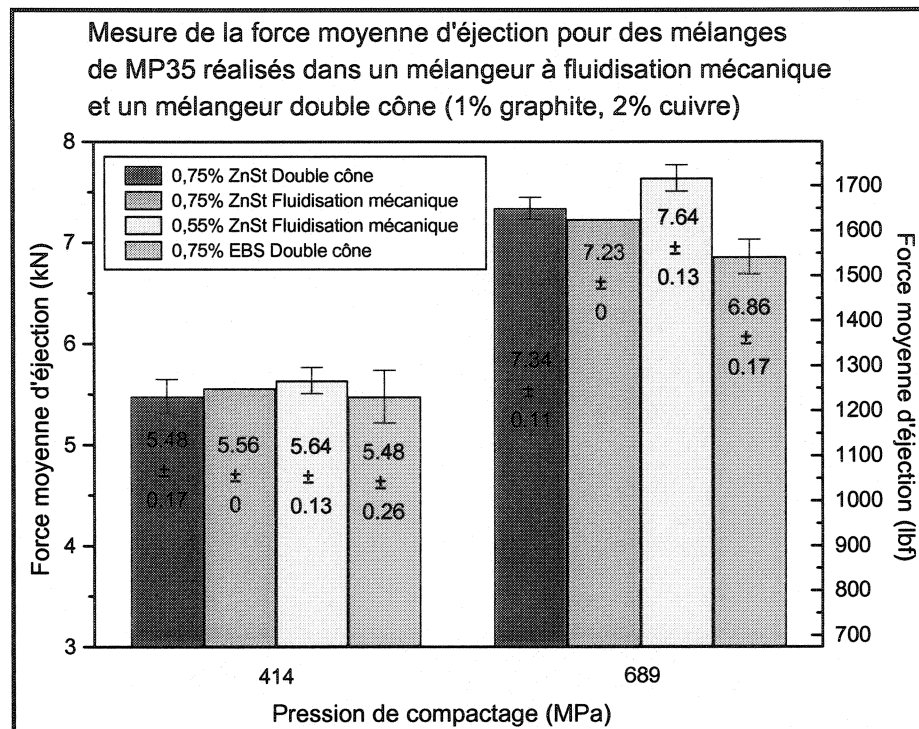


Figure 3.11 : Mesure de la force moyenne d'éjection pour les mélanges avec du ZnSt et de l'EBS

Comme les figures 3.10 et 3.11 le montrent, il n'y a pas vraiment de différence d'un point de vue statistique pour la mesure du pic d'éjection et la force moyenne d'éjection lorsque la pression de compaction est de 414 MPa (30 tsi). En effet, les valeurs moyennes sont différentes, mais chaque valeur moyenne s'inscrit à l'intérieur d'un écart-type des autres valeurs. Par contre, à une pression de compaction supérieure, 689 MPa (50 tsi), les différences entre les mélanges sont plus notables. Tout d'abord, pour ce qui est du pic d'éjection, il appert que le mélange contenant 0,55% ZnSt effectué dans le mélangeur à fluidisation mécanique est plus élevée que les mélanges avec 0,75% ZnSt réalisés dans le double cône et dans le mélangeur à fluidisation mécanique. Ceci est certes attribuable à la quantité moindre de lubrifiant à l'intérieur du comprimé. Or, une pression plus grande

peut être nécessaire afin d'expulser la quantité de lubrifiant requise à la surface de la pièce pour amorcer son mouvement.

Les mesures de la force moyenne donnent une meilleure indication du comportement du lubrifiant au niveau de l'éjection des pièces. Les résultats montrent que l'EBS a donné des valeurs inférieures au ZnSt pour des conditions de mélange similaires, c'est-à-dire une quantité de 0,75% mélangé dans un double cône pendant 15 minutes. Ces résultats sont en contradiction avec les études de Knopp (1993) et de German (1986) présentées dans la revue de la littérature dans lesquelles le ZnSt offrait des valeurs inférieures ou du moins égales à l'EBS. L'utilisation du mélangeur à fluidisation mécanique semble être bénéfique au niveau de la force moyenne d'éjection. En effet, en comparant les mélanges contenant 0,75% ZnSt mélangé dans les mélangeurs double cône et à fluidisation mécanique, il est observé que le mélangeur à fluidisation mécanique offre une force moyenne d'éjection de 7,23 kN ce qui est inférieure à celle de 7,34 kN du mélangeur double cône. Cependant, en considérant l'écart type, le résultat obtenu avec le mélangeur à fluidisation mécanique peut devenir équivalent à celui du double cône dans le meilleur des cas, c'est-à-dire en soustrayant d'un écart-type la valeur moyenne obtenue avec le double cône ( $7,23 \pm 0$  kN pour le mélangeur à fluidisation mécanique et  $7,34 \pm 0,11$  kN pour le mélangeur double cône). Il est à noter que les valeurs des forces d'éjection sont la moyenne de 3 mesures différentes. Ainsi, une plus grande quantité de mesures aurait certes pu contribuer à départager statistiquement les mélanges les uns des autres.

L'hypothèse selon laquelle il pourrait être possible d'utiliser une quantité moindre de lubrifiant avec un mélangeur à fluidisation mécanique peut également être vérifiée avec ces résultats. Une quantité de lubrifiant de 0,55% ZnSt mélangé dans un mélangeur à fluidisation mécanique a entraîné une augmentation de 4% de la force moyenne d'éjection par rapport à un mélange de 0,75% ZnSt dans un mélangeur double cône. De plus, cette augmentation peut être réduite à moins de 1% si l'écart type est considéré. En effet, en prenant la borne supérieure pour le mélange dans le double cône et la borne inférieure pour le mélangeur à fluidisation mécanique, ceci nous donne des forces moyennes d'éjection de 7,45 kN (double cône) et de 7,51 kN (fluidisation mécanique). Ces résultats semblent montrer qu'une réduction de la quantité de lubrifiant peut être envisagée lorsqu'un mélangeur à fluidisation mécanique est employé étant donné que les forces moyennes d'éjection dans ce cas étaient similaires à celles obtenues dans un double cône pour une quantité supérieure de lubrifiant. Comme le stipule la revue de la littérature, des valeurs de forces d'éjection faibles ne garantissent pas nécessairement un faible taux d'usure des matrices (Bockstiegel et al., 1971). Cependant, dans le cas présent, le même lubrifiant a été utilisé, sauf que sa quantité variait. Par conséquent, l'obtention de forces d'éjection similaires suggère que le taux d'usure des matrices puisse être le même dans les deux cas puisque le même lubrifiant a été employé. Dans les deux cas, les facteurs influençant l'usure des matrices (voir section 1.2.5.2) sont les mêmes.

### **3.3 Homogénéité des mélanges**

L'homogénéité est une chose très importante à considérer lorsque des mélanges sont élaborés dans un mélangeur. En effet, des hétérogénéités tant dans la composition chimique que dans la distribution granulométrique entraînent la production de pièces ayant des propriétés variables. Cette situation n'est pas souhaitable étant donné que les fabricants de pièces désirent que la dernière pièce produite ait les mêmes propriétés que la première. Par conséquent, une attention particulière a été accordée à l'homogénéité des mélanges réalisés dans le mélangeur à fluidisation mécanique. Pour ce faire, la teneur en carbone a été mesurée à 5 endroits différents une fois le mélangeur déchargé. Il est à noter que le mélangeur à fluidisation mécanique est déchargé dans un plateau ayant une longueur de 33 mm et une largeur de 24 mm. La teneur en carbone a donc été mesurée avec un appareil Leco, tel que décrit à la section 2.3.5, sur des échantillons prélevés dans chacun des coins ainsi qu'au centre du plateau. Les résultats sont illustrés sur la figure 3.12.

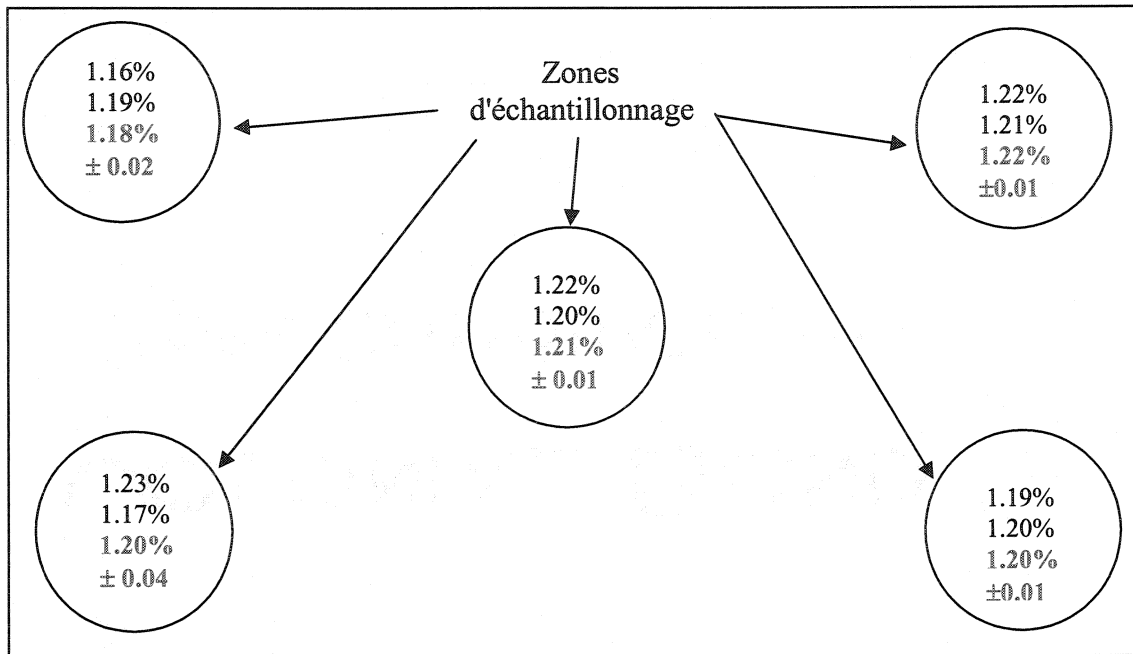


Figure 3.12 : Échantillonnage d'un mélange réalisé avec le mélangeur à fluidisation mécanique

Sur la figure 3.12, les valeurs inscrites en bleu représentent la moyenne ainsi que l'écart type obtenus au niveau de la teneur en carbone. De plus, il est à noter que le mélange utilisé lors de cet échantillonnage est un mélange de référence employé dans le prochain chapitre. Ce mélange a été conçu dans le mélangeur à fluidisation mécanique pendant 4 minutes et il se compose de poudre MP35 (même lot que les mélanges précédents), de 1% graphite, 2% cuivre et de 0,3% ZnSt. La figure 3.12 indique que la teneur en carbone était sensiblement la même à chacun des endroits échantillonnés suggérant l'obtention d'un mélange homogène avec le mélangeur à fluidisation mécanique et ce pour un temps de mélange de seulement 4 minutes. Pour vérifier la validité des teneurs en carbone obtenues, la formule suivante a été utilisée :

$$\% \text{ carbone} = 1 * \% \text{ de graphite} + 0,65 * \% \text{ ZnSt}$$

$$\% \text{ carbone} = 1 * 1 + 0,65 * 0,3 = 1.20\%$$

Cette formule provient du cahier de procédure du laboratoire de Domfer et elle sert à calculer la valeur théorique de carbone contenu à l'intérieur d'un mélange de poudres de MP35. Ainsi, en effectuant le calcul, une teneur théorique en carbone de 1,20% a été obtenue ce qui correspond aux valeurs expérimentales mesurées dans le mélange réalisé avec le mélangeur à fluidisation mécanique.

L'homogénéité concernant la composition chimique a été obtenue, mais celle au niveau de la granulométrie du mélange restait à être confirmée. Ainsi, une analyse granulométrique a été effectuée sur le même mélange de poudre qui a été employé pour la caractérisation de la teneur en carbone. Deux échantillons ont été prélevés au hasard dans le mélange en question et les résultats obtenus au niveau de l'analyse granulométrique sont présentés dans le tableau 3.3.

Tableau 3.3 : Mesure de la granulométrie pour un mélange de MP35 contenant 1% graphite, 2% cuivre et 0,3% ZnSt mélangé dans le mélangeur à fluidisation mécanique pendant 4 minutes

Tamis (mailles)	Granulométrie #1 (%)	Intervalle de confiance de 95%	Borne inférieure	Borne supérieure	Granulométrie #2 (%)
+ No. 60	0,0	$\pm 0,0$	0,0	0,0	0,0
+ No. 80	9,7	$\pm 0,7$	9,0	10,4	10,3
+ No. 100	13,5	$\pm 0,8$	12,7	14,3	14,1
+ No. 140	30,2	$\pm 1,3$	28,9	31,5	30,3
+ No. 200	22,0	$\pm 1,1$	20,9	23,1	22,4
+ No. 325	15,9	$\pm 0,9$	15,0	16,8	15,1
- No. 325	8,7	$\pm 0,7$	8,0	9,4	7,9

Comme le démontre le tableau 3.3, l'homogénéité au niveau de la granulométrie est obtenue après 4 minutes de mélange dans le mélangeur à fluidisation mécanique. En effet, en effectuant le calcul de l'intervalle de répétitivité de 95%, décrit dans la norme MPIF (voir section 2.3.8), sur la première granulométrie, il a été possible d'obtenir des bornes inférieures et supérieures entre lesquelles la granulométrie du mélange devrait varier. Il est à noter que ces intervalles correspondent à la répétitivité des mesures sur le même échantillon. Ainsi, si la granulométrie d'un deuxième échantillon totalement différent s'insérait à l'intérieur des intervalles, il était alors possible de conclure que le mélange était homogène. En effet, les écarts prévus (inférieurs à 1 g pour un échantillon de 100 g) au niveau de la répétitivité pour un même échantillon sont relativement faibles (voir l'intervalle de confiance de 95% du tableau 3.3). Cependant, il n'est pas rare en pratique d'obtenir des variations de l'ordre de 1 à 3 g (sur un échantillon de 100 g) pour une même tranche granulométrique lorsque plusieurs analyses sont effectuées sur un même lot de poudre. Par conséquent, un deuxième échantillon a été prélevé au hasard

afin de mesurer sa granulométrie. Il a été observé que chaque tranche granulométrique se retrouvait à l'intérieur des intervalles à l'exception de la tranche – 325 mailles pour laquelle l'écart entre la borne inférieure et la valeur mesurée était de 0,1. Cette différence est très faible et il est donc possible de conclure que le mélangeur à fluidisation mécanique donne des mélanges homogènes et ce après 4 minutes. Le même exercice, pour fins de comparaison, a également été réalisé sur un mélange conçu dans le mélangeur double cône. Les résultats de l'analyse se retrouvent dans le tableau 3.4.

Tableau 3.4 : Mesure de la granulométrie pour un mélange de MP35 contenant 1% graphite, 2% cuivre et 0,75% ZnSt mélangé dans le mélangeur double cône pendant 15 minutes

Tamis (mailles)	Granulométrie #1 (%)	Intervalle de confiance de 95%	Borne inférieure	Borne supérieure	Granulométrie #2 (%)
+ No. 60	0	$\pm 0,0$	0,0	0,0	0
+ No. 80	9,3	$\pm 0,7$	8,6	10,0	10,3
+ No. 100	13,7	$\pm 0,8$	12,9	14,5	14,6
+ No. 140	32,4	$\pm 1,4$	31,0	33,8	32,7
+ No. 200	23,2	$\pm 1,1$	22,1	24,3	23,2
+ No. 325	14,1	$\pm 0,8$	13,3	14,9	13,5
- No. 325	7,3	$\pm 0,6$	6,7	7,9	5,7

Les résultats obtenus pour le mélangeur double cône montre des écarts plus importants entre la mesure des deux granulométries que le mélangeur à fluidisation mécanique. De plus, il y a trois tranches granulométriques qui ne rencontraient pas les spécifications de l'intervalle de répétitivité. Cependant, les écarts sont de l'ordre de 1 à 2 % par rapport au poids total de l'échantillon ce qui correspond à des écarts acceptables en pratique pour deux échantillons différents.



Il est donc possible, à la suite de ces résultats, de conclure que le mélangeur à fluidisation mécanique permet d'obtenir des mélanges homogènes tant au niveau de la composition chimique que de la granulométrie et ce pour des temps de mélange beaucoup plus courts (4 min) qu'un mélangeur double cône (15 min).

### **3.4. Effet des socs sur la poudre de base**

Suite aux résultats d'écoulement, de densité apparente et de résistance à vert obtenus, il semble que la poudre de base subisse un changement de granulométrie et/ou de morphologie. Par conséquent, dans cette section, l'effet des socs sur la poudre de base a été étudié. Pour ce faire, une étude au niveau de la granulométrie et de la morphologie des particules pour différents temps de mélange dans le mélangeur à fluidisation mécanique a été réalisée.

#### **3.4.1 Effet des socs sur la granulométrie**

Pour vérifier l'effet des socs sur la granulométrie, de la poudre de base MP35 a été mélangée, sans aucun additif, dans le mélangeur à fluidisation mécanique à une vitesse de 300 RPM. Des échantillons ont été prélevés après 4, 8, 12 et 16 minutes de mélanges et des mesures granulométriques ont été réalisées sur ces derniers. Le tableau 3.5 et la figure 3.13 présentent les résultats de granulométrie obtenus pour chacun des temps de

mélange. Il est à noter que la granulométrie pour chaque temps de mélange correspond à la moyenne des mesures effectuées sur deux échantillons.

Tableau 3.5 : Mesures de granulométrie effectuées sur de la poudre MP35 ayant été mélangé dans le mélangeur à fluidisation mécanique selon différents temps

Ouverture des tamis	Temps de mélange dans le mélangeur à fluidisation mécanique (min)				
	0	4	8	12	16
+ No. 60	0,0	0,0	0	0	0
+ No. 80	9,4	8,3	7,5	7,0	6,8
+ No. 100	12,6	11,7	11,3	11,3	10,7
+ No. 140	29,8	28,8	28,5	28,5	28,3
+ No. 200	23,6	23,3	23,5	22,9	23,8
+ No. 325	16,5	17,7	17,8	18,1	18,0
- No. 325	8,1	10,2	11,4	12,2	12,4

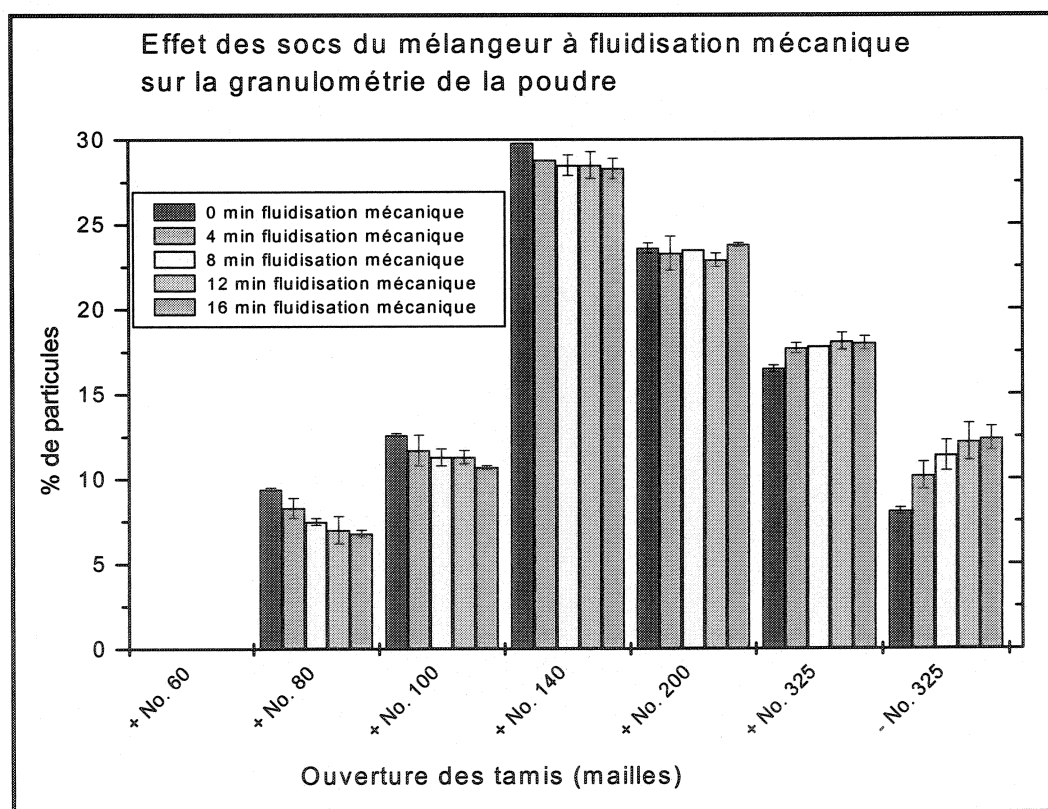


Figure 3.13 : Granulométrie obtenue pour différents temps de mélange dans le mélangeur à fluidisation mécanique

Le tableau 3.5 et la figure 3.13 montrent que le mélangeur à fluidisation mécanique change la granulométrie du mélange en fonction du temps de mélange. En effet, la quantité des plus grosses particules, 180  $\mu\text{m}$  et plus (+ 80 mailles), a diminué d'environ 28% pour un temps de mélange de 16 minutes (il y avait initialement 9,4% de particules dans le mélange ayant une taille supérieure à 180  $\mu\text{m}$  comparativement à 6,8% après un temps de mélange de 16 minutes). Par le fait même, cette diminution de la quantité de grosses particules a nécessairement entraîné une augmentation du nombre de fines particules, c'est-à-dire des particules dont la taille est inférieure à 45  $\mu\text{m}$  (325 mailles). La quantité de fines particules est donc passée de 8,1% à 12,4% pour un temps de mélange de 16 minutes dans le mélangeur à fluidisation mécanique, ce qui représente une augmentation de 53%. De façon générale, il a été observé que la proportion de particules ayant une taille comprise entre 250 et 150  $\mu\text{m}$  (60 et 100 mailles) diminuait alors que celles inférieures à 75  $\mu\text{m}$  (200 mailles) augmentaient. Pour ce qui est des particules intermédiaires, c'est-à-dire pour une taille comprise entre 150  $\mu\text{m}$  et 75  $\mu\text{m}$  (100 et 200 mailles), la quantité demeurait relativement constante (variations inférieures à 10 % par rapport à la quantité initiale). De plus, il appert que le changement au niveau de la granulométrie est plus important au cours des 8 premières minutes de mélange. Il a été noté qu'après 8 minutes de mélanges, la quantité de particules supérieures à 180  $\mu\text{m}$  (80 mailles) avait diminué de 21% et qu'au bout des 16 minutes, soit le double du temps, la diminution s'élevait à 28%. Il en est de même pour les fines particules, car au cours des 8 premières minutes une augmentation de 41% avait été obtenue et à la fin cette augmentation était de 53%.

Cette étude de la granulométrie en fonction du temps de mélange a montré que la quantité de fines particules augmentaient de façon assez importante dans le mélange. Une augmentation de la quantité de fines au niveau des propriétés devrait se traduire par une augmentation du temps d'écoulement et une augmentation de la résistance à vert. Or, sur les figures 3.1 et 3.7, des résultats contradictoires avaient été obtenus. En effet, pour des temps de mélanges de 15 minutes dans le mélangeur à fluidisation mécanique, une diminution du temps d'écoulement et une diminution de la résistance à vert avaient été observées. Ceci suggère donc qu'il y ait un autre phénomène, plus important que le changement de granulométrie, responsable de ces observations. Comme mentionné précédemment ce phénomène correspond à un changement morphologique des particules initialement irrégulières, plus précisément à un arrondissement étant donné que les résultats suivent la tendance associée à des particules pour lesquelles la sphéricité augmente.

### **3.4.2 Effet des socs sur la morphologie des particules**

L'effet des socs sur la morphologie des particules a pu être évalué avec les mêmes mélanges qui ont servi pour l'étude granulométrique. Par contre, le changement de granulométrie que subissaient les mélanges en fonction du temps a été éliminé de sorte que seul le changement de morphologie était considéré. Pour ce faire, des reconstructions granulométriques ont été effectuées sur la poudre de base mélangée préalablement selon différents temps. D'ailleurs, le tableau 3.6 montre la granulométrie

employée pour la caractérisation du changement de morphologie. Il est à noter que cette granulométrie est typique de la poudre MP35 obtenue en production.

Tableau 3.6 : Granulométrie ayant servi à démontrer le changement de morphologie

Ouverture des tamis	% poids
+ No. 60	0
+ No. 80	2,9
+ No. 100	9,2
+ No. 140	22,1
+ No. 200	24,8
+ No. 325	26,8
- No. 325	14,2

Une fois que la même granulométrie a été reconstruite pour chacun des mélanges, des additifs (1% graphite, 2% cuivre et 0,75% ZnSt) ont été ajoutés à chacun des mélanges et le tout était mélangé dans un mélangeur double cône pendant 15 minutes afin de ne pas entraîner de différences au niveau de la granulométrie. De cette façon, les mélanges subissent exactement le même traitement une fois qu'ils ont été modifiés dans le mélangeur à fluidisation mécanique. Ainsi, s'il y a des changements qui surviennent, ils seront constants pour chacun des mélanges et les effets observés seront associables uniquement au mélangeur à fluidisation mécanique. Certaines propriétés, liées à la morphologie, ont alors été mesurées sur ces différents mélanges. Les résultats obtenus sont résumés dans le tableau 3.7.

Tableau 3.7 : Propriétés pour des mélanges ayant une même granulométrie mais des temps de mélange différents

Mélange	Conditions de mélanges	Densité apparente (g/cm <sup>3</sup> )	Résistance à vert en MPa (psi)	
			à 6,8 g/cm <sup>3</sup>	à 7,0 g/cm <sup>3</sup>
MP35 1% graphite 2% cuivre 0,75% ZnSt	15 min DC	3,07	8,09 (1174)	10,16 (1473)
	4 min FM + 15 min DC	3,21	7,08 (1028)	8,72 (1265)
	8 min FM + 15 min DC	3,27	6,95 (1008)	8,28 (1202)
	12 min FM + 15 min DC	3,33	6,83 (991)	7,95 (1154)
	16 min FM + 15 min DC	3,34	6,56 (951)	7,78 (1128)

FM : Mélangeur à fluidisation mécanique

DC : Mélangeur double cône

Le tableau 3.7 montre que l'utilisation du mélangeur à fluidisation mécanique pendant 16 minutes a entraîné une augmentation de 0,27 g/cm<sup>3</sup> de la densité apparente ce qui correspond à un gain d'environ 9%. Les résultats indiquent donc que la densité apparente augmente en fonction du temps de mélange dans le mélangeur à fluidisation mécanique. Il est à noter que dans le cas de ces essais, la différence de densité apparente entre le mélange réalisé dans le double cône uniquement et celui mélangé pendant 16 minutes dans le mélangeur à fluidisation mécanique en plus du mélangeur double cône était plus

importante que pour les essais se retrouvant à la figure 3.2. Le tableau 3.8 illustre les différences entre les deux séries de résultats. Les résultats inscrits en caractère gras représentent ceux des mélanges standards obtenus pour chaque série d'essais.

Tableau 3.8 : Différence au niveau de la densité apparente pour diverses séries d'essais

# série d'essais	Mélange	Condition de mélange	Densité apparente (g/cm <sup>3</sup> )	Écart par rapport au mélange standard réalisé dans le mélangeur DC (g/cm <sup>3</sup> )
1	<b>MP35</b> <b>1% graphite</b> <b>2% cuivre</b> <b>0,75% ZnSt</b>	<b>15 minutes dans le mélangeur DC</b>	<b>3,18</b>	-
	MP35 1% graphite 2% cuivre 0,75% ZnSt	15 minutes dans le mélangeur FM	3,24	+ 0,06
2	<b>MP35</b> <b>1% graphite</b> <b>2% cuivre</b> <b>0,75% ZnSt</b>	<b>15 minutes dans le mélangeur DC</b>	<b>3,07</b>	-
	MP35 1% graphite 2% cuivre 0,75% ZnSt	16 minutes dans le mélangeur FM + 15 minutes dans le mélangeur DC	3,34	+ 0,27

DC : Mélangeur double cône

FM : Mélangeur à fluidisation mécanique

Quelques facteurs peuvent expliquer les différences entre les résultats. Tout d'abord, la différence entre les deux mesures de densité apparente pour les mélanges standards vient du fait que la granulométrie était différente. En effet, dans le cas de la série d'essais #2, la granulométrie était reconstruite alors que pour la série d'essais #1 la granulométrie était plus grossière (voir les tableaux 3.1 et 3.6) d'où l'obtention d'une densité apparente plus

élevée pour les mêmes conditions de mélange. Il y a aussi une explication pouvant expliquer l'écart de densité apparente plus élevé pour la série d'essais #2 entre les mélanges standards et ceux dans lequel le mélangeur à fluidisation mécanique était utilisé. En effet, lors de la série d'essais #2, la poudre était de nouveau mélangée dans un mélangeur double cône après l'avoir été dans celui à fluidisation mécanique ce qui a contribué à augmenter la densité apparente de ces mélanges par rapport aux essais de la série #1. Ceci s'explique par le fait que la densité apparente augmente également avec l'utilisation d'un mélangeur double cône et ce en fonction du temps de mélange, car il y a un certain arrondissement des particules qui se produit également avec un tel mélangeur. Par conséquent, les 15 minutes additionnelles de mélange dans le mélangeur double cône lors de la série d'essais #2 comparativement à la série #1 ont contribué à hausser l'écart par rapport à leur mélange standard respectif. De plus, dans le cas de la série #1, la granulométrie n'était pas reconstruite à la fin des mélanges comme pour la série #2 faisant en sorte que l'effet de la morphologie sur la densité apparente était atténué par l'augmentation de la quantité de fines particules.

Les résultats présentés dans le tableau 3.7 montre également une détérioration de la résistance à vert en fonction du temps de mélange. En effet, il a été noté, pour une même granulométrie et une densité de  $6,8 \text{ g/cm}^3$ , que la résistance à vert chutait de 19% lorsque le mélangeur à fluidisation mécanique était utilisé pendant 16 minutes. Cependant, c'est dans les premières minutes que la chute au niveau de la résistance à vert est la plus importante, car dans les 4 premières minutes d'utilisation du mélangeur à fluidisation, une



perte de 12% a été enregistrée. En comparant ces résultats avec ceux montrés à la figure 3.7, il est observé que les valeurs de la résistance à vert pour la série d'essais #2 sont plus élevées que celles de la série d'essais #1. Cette observation s'explique par le fait que la granulométrie utilisée dans le cas de la série d'essais #1 était plus grossière favorisant l'atteinte de résistances à vert moins élevées. Cependant, comme le montre le tableau 3.9, l'écart entre la résistance à vert des mélanges réalisés dans le mélangeur à fluidisation mécanique par rapport aux mélanges standards est plus grand dans le cas de la série d'essais #2.

Tableau 3.9 : Différence au niveau de la résistance à vert pour diverses séries d'essais

# série d'essais	Mélange	Condition de mélange	Résistance à vert à 6,8 g/cm <sup>3</sup> en MPa (psi)	Écart par rapport au mélange standard réalisé dans le mélangeur DC en MPa (psi)
1	<b>MP35</b> <b>1% graphite</b> <b>2% cuivre</b> <b>0,75% ZnSt</b>	<b>15 minutes dans le mélangeur DC</b>	<b>6,18</b> <b>(896)</b>	-
	MP35 1% graphite 2% cuivre 0,75% ZnSt	15 minutes dans le mélangeur FM	5,74 (832)	- 0,44 (- 64)
2	<b>MP35</b> <b>1% graphite</b> <b>2% cuivre</b> <b>0,75% ZnSt</b>	<b>15 minutes dans le mélangeur DC</b>	<b>8,09</b> <b>(1174)</b>	-
	MP35 1% graphite 2% cuivre 0,75% ZnSt	16 minutes dans le mélangeur FM + 15 minutes dans le mélangeur DC	6,56 (951)	- 1,53 (- 223)

DC : Mélangeur double cône

FM : Mélangeur à fluidisation mécanique

Le fait de mélanger de nouveau avec un mélangeur double cône affecte certes négativement la résistance à vert, mais de façon beaucoup moins importante que l'utilisation d'un mélangeur à fluidisation mécanique. Par contre, la cause principale des écarts obtenus provient du fait que dans le cas de la série d'essais #1, le changement de morphologie, diminuant la résistance à vert, est compensé en partie par l'augmentation de la quantité de fines dans le mélange alors que dans la série d'essais #2 la granulométrie ne variait pas. En effet, il a été démontré précédemment que la quantité de fines était augmentée d'environ 53% lorsqu'un mélangeur à fluidisation mécanique était utilisé pendant 16 minutes. Ainsi, les écarts obtenus lors de la série d'essais #1 sont plus représentatifs de la réalité que ceux de la série d'essais #2, car ils tiennent compte des deux effets qu'entraînent les couteaux du mélangeur à fluidisation mécanique : augmentation de la quantité de fines et changement de la morphologie.

Les résultats au niveau de la densité apparente et de la résistance à vert suggèrent donc que les particules de poudre subissent un changement de morphologie lorsque le mélangeur à fluidisation mécanique est utilisé. Ce changement de morphologie a également pu être confirmé à l'aide d'observations réalisées au moyen d'un microscope électronique à balayage.

Les figures 3.14 et 3.15 illustrent deux images typiques des mélanges considérés. Il est possible d'observer à la figure 3.14, un grand nombre de particules possédant une forme irrégulière. À l'inverse, sur la figure 3.15, les particules paraissent plus rondes et très peu

de particules de formes irrégulières sont observables. Ces observations confirment les résultats précédents suggérant un arrondissement des particules.

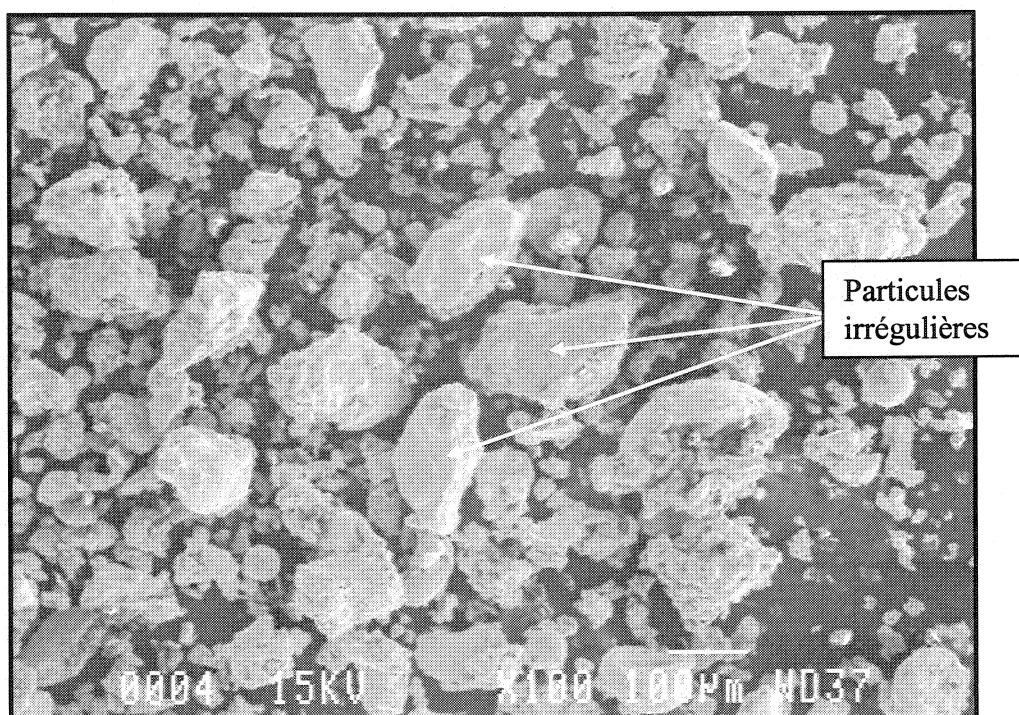


Figure 3.14 : Poudre de base avant d'être mélangé dans le mélangeur à fluidisation mécanique

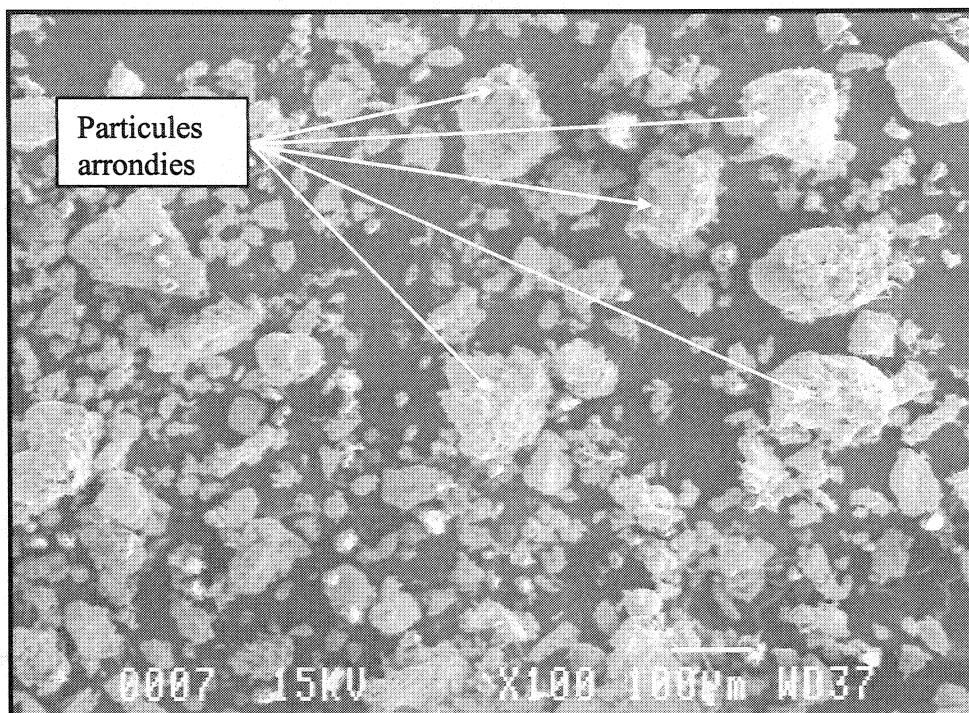


Figure 3.15 : Poudre de base mélangée pendant 16 minutes dans le mélangeur à fluidisation mécanique

Afin de s'assurer qu'il y avait un arrondissement des particules, les images prises au MEB ont par la suite été analysées à l'aide du logiciel Clemex Vision. Ce dernier a permis d'évaluer quantitativement l'arrondissement des particules observé au MEB. Par conséquent, une routine a été développée afin d'évaluer la sphéricité des particules. Il est à noter qu'uniquement les particules ayant une surface supérieure à  $1500 \mu\text{m}^2$  (correspondant à un diamètre d'environ  $44 \mu\text{m}$  pour une particule sphérique) ont été considérées lors de l'analyse de la sphéricité. Le résultat de la mesure de sphéricité est exprimé au moyen d'un nombre variant entre 0 et 1. Une valeur de 1 correspond à des particules parfaitement sphériques. L'indice de sphéricité correspond à  $4\pi A/p^2$  ( $A$  représentant l'aire et  $p$  étant le périmètre des particules). Le tableau 3.10 montre les

résultats obtenus lors de l'analyse d'images. Dans le tableau 3.10, la différence entre les deux mélanges est qu'un des mélanges a été mélangé dans le mélangeur à fluidisation mécanique en plus du double cône. Ainsi, la différence de sphéricité entre les deux mélanges est attribuable à l'effet du mélangeur à fluidisation mécanique.

Tableau 3.10 : Mesure de la sphéricité des particules mélangées dans un mélangeur double cône et dans un mélangeur à fluidisation mécanique

Mélange	Nombre de particules analysées	Coefficient moyen de sphéricité
MP35 Double cône 15 minutes	107	$0,62 \pm 0,04$
MP35 Fluidisation mécanique 16 min + Double cône 15 minutes	117	$0,66 \pm 0,03$

Le tableau 3.10 vient confirmer les observations faites au MEB à savoir que les particules s'arrondissent lorsqu'elles sont mélangées dans un mélangeur à fluidisation. En effet, le coefficient moyen de sphéricité passe de 0,62 pour des particules n'ayant pas été mélangées dans le mélangeur à fluidisation mécanique alors qu'il est de 0,66 lorsqu'un tel mélangeur est utilisé.

Dans cette section, il a donc été possible de déterminer l'effet des socs sur la poudre de base. En effet, la poudre de base subit un changement de granulométrie au cours duquel la quantité de fines particules augmente de 41% pour 8 minutes de mélange avec le mélangeur à fluidisation mécanique et de 53% pour 16 minutes. De plus, il a été possible de démontrer à l'aide de mesure de densité apparente et de résistance à vert que les socs

du mélangeur à fluidisation mécanique entraînaient un arrondissement des particules. Ceci a également été confirmé avec des observations au microscope électronique à balayage et par des mesures de sphéricité des particules à l'aide d'un logiciel d'analyse d'images approprié.

### **3.5 Effet des couteaux à haute vitesse sur la poudre de base**

Comme il a été mentionné dans le chapitre 2 traitant des procédures expérimentales, le mélangeur à fluidisation mécanique est muni de couteaux à haute vitesse (3000 RPM). Ces couteaux à haute vitesse peuvent être utilisés afin d'augmenter le taux de cisaillement à l'intérieur du mélangeur à fluidisation mécanique. Cependant, à cause de leur vitesse très élevée, ils peuvent s'avérer très dommageables au niveau de la taille et de la forme des particules de bases. Par conséquent, une étude similaire à celle menée pour l'effet des socs a été réalisée (section 3.4), mais cette fois pour les couteaux à haute vitesse.

#### **3.5.1 Effet des couteaux à haute vitesse sur la granulométrie**

Tout comme pour l'analyse de l'effet des socs, un mélange contenant uniquement de la poudre de base a été mélangé pendant 16 minutes dans le mélangeur à fluidisation mécanique et dans lequel les couteaux à haute vitesse étaient en fonction. Des échantillons ont alors été prélevés à des intervalles de 4 minutes. Il est à noter que les

socs étaient également utilisés et que leur vitesse était de 300 RPM. Le tableau 3.11 et la figure 3.16 présentent les résultats de granulométrie obtenus pour chacun des temps de mélange. Il est à noter que la granulométrie pour chaque temps correspond à la moyenne des mesures effectuées sur deux échantillons.

Tableau 3.11 : Mesures de granulométrie effectuées sur de la poudre MP35 ayant été mélangé dans le mélangeur à fluidisation mécanique selon différents temps et où les couteaux à haute vitesse étaient en fonction

Ouverture des tamis	Temps de mélange dans le mélangeur à fluidisation mécanique (min)				
	0	4	8	12	16
+ No. 60	0,0	0,0	0	0	0
+ No. 80	9,5	7,9	7,3	7,0	6,7
+ No. 100	13,5	11,5	10,9	10,8	10,5
+ No. 140	31,0	28,7	28,4	28,4	28,4
+ No. 200	22,9	22,8	23,2	23,1	23,4
+ No. 325	14,6	16,9	17,3	17,7	17,9
- No. 325	8,5	12,2	12,9	13,0	13,1

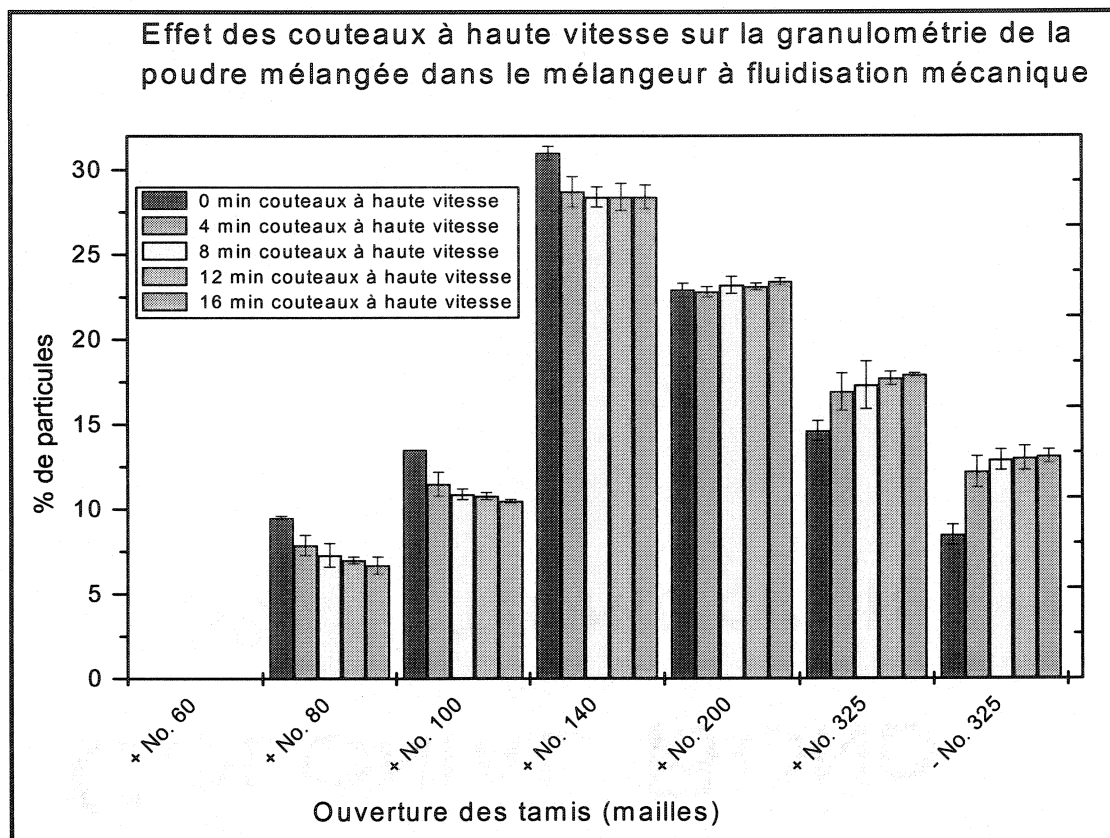


Figure 3.16 : Granulométrie obtenue pour différents temps de mélange dans le mélangeur à fluidisation mécanique lorsque les couteaux à haute vitesse étaient en fonction

Le tableau 3.11 et la figure 3.16 montrent que l'utilisation des couteaux à haute vitesse changent significativement la granulométrie du mélange en fonction du temps de mélange. Cependant, le plus gros de l'effet sur la granulométrie se produit dans les 4 premières minutes. De plus, les couteaux à haute vitesse semblent affecter de manière plus importante les particules dont la taille est comprise entre 180 et 150  $\mu\text{m}$  (-80 +100 mailles) et entre 75 et 45  $\mu\text{m}$  (-200 +325 mailles). En effet, en comparant les variations pour chacune des tranches granulométriques avec les résultats précédents dans lesquels les couteaux à haute vitesse n'étaient pas en fonction, il est observé que les variations au niveau des autres tranches granulométriques demeuraient similaires (différence de 1 à



3%) pour des temps de mélange de 16 minutes. D'ailleurs, le tableau 3.12 et la figure 3.17 illustrent ces observations. Il est à noter que la comparaison entre l'effet des socs et des couteaux à haute vitesse doit être effectuée en terme de variation par rapport à la granulométrie initiale étant donné que les granulométries initiales étaient quelque peu différentes.

Tableau 3.12 : Comparaison des variations granulométriques entre des mélanges réalisés avec et sans l'utilisation des couteaux à haute vitesse pendant 16 minutes

Ouverture des tamis	% de variation pour les mélanges <u>sans</u> les couteaux à haute vitesse en fonction	% de variation pour les mélanges <u>avec</u> les couteaux à haute vitesse en fonction	Différence entre l'utilisation et la non-utilisation des couteaux à haute vitesse
+ No. 60	0	0	0
+ No. 80	-27,8	-29,5	-1,7
+ No. 100	-15,1	-22,2	-7,1
+ No. 140	-5,0	-8,4	-3,4
+ No. 200	+0,8	+2,2	1,4
+ No. 325	+9,1	+22,6	13,5
- No. 325	+53,1	+54,1	1

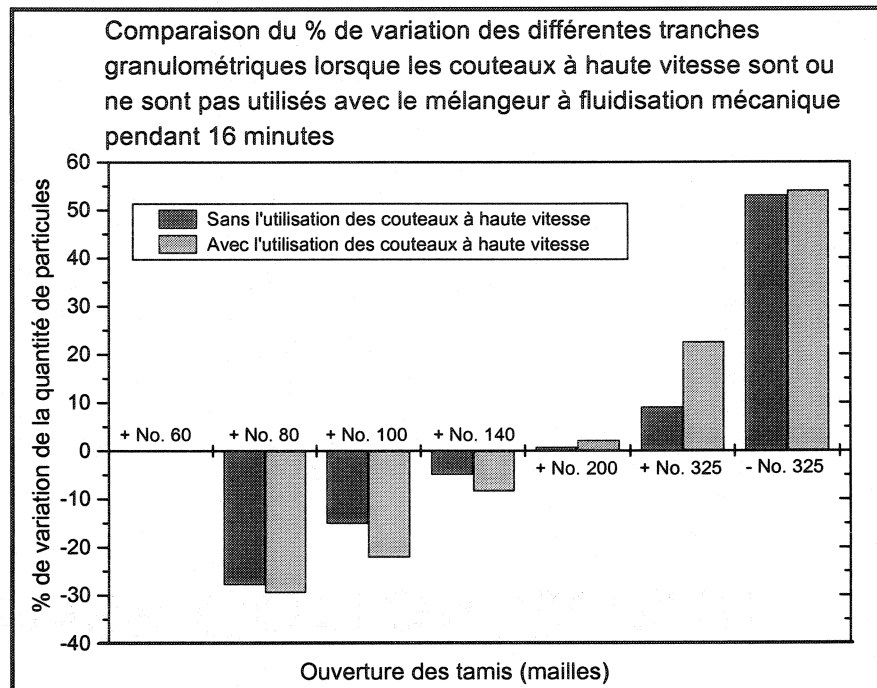


Figure 3.17 : Comparaison de la granulométrie des mélanges réalisés dans le mélangeur à fluidisation mécanique lorsque les couteaux à haute vitesse étaient ou pas utilisés

La figure 3.17 montre que le fait d'utiliser ou de ne pas utiliser les couteaux à haute vitesse, pour un mélange de 16 minutes, entraîne que de faibles variations au niveau de la quantité des plus grosses et des plus fines particules. Par contre, l'utilisation des couteaux à haute vitesse entraîne un affinement de la granulométrie plus important étant donné l'augmentation de la quantité de particules dont la taille se situe entre 75 et 45  $\mu\text{m}$ . De plus, l'observation des résultats montre que pour des temps de mélange plus courts, il y a une différence très significative au niveau de la granulométrie du mélange et ce pour la grande majorité des tranches granulométriques. Le tableau 3.13 montre les variations au niveau de la granulométrie pour des mélanges de 4 minutes avec et sans l'utilisation des couteaux à haute vitesse et une comparaison de ces derniers avec ceux de 16 minutes.

Tableau 3.13 : Comparaison des variations granulométriques entre des mélanges réalisés avec et sans l'utilisation des couteaux à haute vitesse pendant 4 minutes

Ouverture des tamis	% de variation pour les mélanges réalisés <u>sans</u> les couteaux à haute vitesse en fonction	% de variation pour les mélanges réalisés <u>avec</u> les couteaux à haute vitesse en fonction	Différence entre l'utilisation et la non-utilisation des couteaux à haute vitesse	
			4 min	16 min
+ No. 60	0	0	0	0
+ No. 80	-11,7	-16,8	-5,1	-1,7
+ No. 100	-7,1	-14,8	-7,7	-7,1
+ No. 140	-3,4	-7,4	-4,0	-3,4
+ No. 200	-1,3	-0,4	0,9	1,4
+ No. 325	+7,3	+15,8	8,5	13,5
- No. 325	+25,9	+43,5	17,6	1,0

Il est observé dans le tableau 3.13 que les couteaux à haute vitesse génèrent une quantité importante de fines particules en très peu de temps, car en 4 minutes cette quantité est augmentée de 43,5%. Par la suite, la quantité de fines dans le mélange se stabilise et après 16 minutes, elle est similaire pour les mélanges réalisés avec ou sans les couteaux à haute vitesse. Il en est également de même pour les plus grosses particules, une forte diminution au début suivi d'une stabilisation. Ainsi, il appert que la granulométrie du mélange change très rapidement au tout début puis se stabilise après un certain temps et à partir de ce moment aucune variation significative n'est observée. D'ailleurs, en analysant les résultats se trouvant dans le tableau 3.11, il est observé que la granulométrie ne variait pratiquement plus après les 8 premières minutes de mélange.

### **3.5.2 Effet des couteaux à haute vitesse sur la morphologie**

L'effet des couteaux à haute vitesse sur la morphologie des poudres a été caractérisé en suivant la même procédure que celle utilisée pour évaluer l'effet des socs sur les particules (voir section 3.4.2). Par conséquent, des reconstructions granulométriques identiques aux précédentes ont été effectuées sur la poudre de base mélangée dans le mélangeur à fluidisation mécanique avec l'utilisation des couteaux à haute vitesse selon différents temps de mélange. De cette façon, il est possible de comparer les résultats entre eux. Le tableau 3.14 présente les résultats obtenus dans le cas des mélanges où les couteaux à haute vitesse étaient en fonction.

Tableau 3.14 : Mesures des différentes propriétés pour des mélanges ayant une même granulométrie mais des temps de mélanges différents avec les couteaux à haute vitesse (3000 RPM)

Mélange	Conditions de mélanges	Densité apparente (g/cm <sup>3</sup> )	Résistance à vert en MPa (psi)	
			À 6,8 g/cm <sup>3</sup>	à 7,0 g/cm <sup>3</sup>
MP35 1% graphite 2% cuivre 0,75% ZnSt	15 min DC	3,07	8,32 (1206)	9,70 (1407)
	4 min FM couteaux haute vitesse + 15 min DC	3,37	6,07 (880)	7,17 (1040)
	8 min FM couteaux haute vitesse + 15 min DC	3,43	5,06 (734)	6,45 (935)
	12 min FM couteaux haute vitesse + 15 min DC	3,51	3,99 (579)	5,53 (802)
	16 min FM couteaux haute vitesse + 15 min DC	3,52	3,55 (515)	5,28 (766)

FM : Mélangeur à fluidisation mécanique

DC : Mélangeur double cône

Le tableau 3.14 montre que l'utilisation du mélangeur à fluidisation mécanique pendant 16 minutes a entraîné une augmentation de 0,45 g/cm<sup>3</sup> de la densité apparente ce qui correspond à un gain autour de 15%. Les résultats indiquent que la densité apparente est augmentée significativement avec l'utilisation des couteaux à haute vitesse. Le tableau 3.15 illustre les différences entre les deux séries de résultats.

Tableau 3.15 : Différence au niveau de la densité apparente pour diverses séries d'essais

Temps de mélange	Densité apparente sans l'utilisation des couteaux à haute vitesse ( $\text{g/cm}^3$ )	Densité apparente avec l'utilisation des couteaux à haute vitesse ( $\text{g/cm}^3$ )	Écart ( $\text{g/cm}^3$ )
0	3,07	3,07	0
4	3,21	3,37	0,16
8	3,27	3,43	0,16
12	3,33	3,51	0,18
16	3,34	3,52	0,18

Le tableau 3.15 indique que l'utilisation des couteaux à haute vitesse permet d'aller chercher un gain additionnel au niveau de la densité apparente d'environ  $0,16 \text{ g/cm}^3$ . Ainsi, il est possible de modifier les propriétés initiales de la poudre de base en utilisant les couteaux à haute vitesse pendant un certain temps. Ceci peut s'avérer très bénéfique pour certaines applications où une densité apparente élevée est recherchée et où la valeur de résistance à vert a moins d'importance. Il est donc possible de cette façon de faire des compromis en fonction des propriétés désirées et ce sans faire de modifications au procédé de production de poudres.

Bien qu'avantageux pour la densité apparente, dû à un arrondissement des particules, les couteaux à haute vitesse, pour la même raison, entraînent une détérioration très importante de la résistance à vert. En effet, après 4 minutes de mélanges avec les couteaux à haute vitesse en fonction, une perte de 27% a été notée au niveau de la résistance à vert des mélanges. Par exemple, la résistance à vert pour une densité de  $6,80 \text{ g/cm}^3$  a passé de 8,32 MPa (1206 psi) pour un mélange réalisé dans le mélangeur double cône à 7,08 MPa (1028 psi) et à 6,07 (880 psi) pour des mélanges de 4 minutes dans le

mélangeur à fluidisation sans et avec les couteaux à haute vitesse en fonction. La raison principale expliquant cette chute de la résistance à vert réside dans le fait que les couteaux à haute vitesse entraîne un arrondissement très important des particules. Il a été démontré à la section précédente que les socs entraînaient un arrondissement des particules et une diminution de la résistance à vert, mais dans le cas présent, étant donné les résultats de résistance à vert et de densité apparente obtenus, il est possible de conclure que les couteaux à haute vitesse changent beaucoup la morphologie des particules. D'ailleurs, le tableau 3.16, montre les pertes au niveau de la résistance à vert pour l'utilisation d'un mélangeur à fluidisation mécanique avec et sans les couteaux à haute vitesse.

Tableau 3.16 : Comparaison des pertes de résistance à vert pour les mélanges réalisés avec et sans l'utilisation des couteaux à haute vitesse

Temps de mélange	Perte en % de la résistance à vert des mélanges réalisés <u>sans</u> l'utilisation des couteaux à haute vitesse par rapport à un mélange standard (15 minutes double cône)		Perte en % de la résistance à vert des mélanges réalisés <u>avec</u> l'utilisation des couteaux à haute vitesse par rapport à un mélange standard (15 minutes double cône)	
	6,8 g/cm <sup>3</sup>	7,0 g/cm <sup>3</sup>	6,8 g/cm <sup>3</sup>	7,0 g/cm <sup>3</sup>
4 minutes	12,5	14,2	27,0	26,1
8 minutes	14,1	18,5	39,2	33,5
12 minutes	15,6	21,8	52,0	43,0
16 minutes	18,9	23,4	57,3	45,6

Comme le montre le tableau 3.16, l'utilisation des couteaux à haute vitesse entraîne une diminution deux fois plus importante de la résistance à vert par rapport à un mélange n'utilisant pas les couteaux à haute vitesse. En effet, les pertes de résistance à vert enregistrées sont deux fois plus grandes dans le cas où les couteaux étaient en fonction.

Pour s'assurer du changement de morphologie plus important avec l'utilisation des couteaux à haute vitesse, des images au MEB ont également été prises. Les figures 3.18 et 3.19 illustrent deux images typiques des mélanges réalisés avec les couteaux à haute vitesse en fonction. Il est possible d'observer sur les figures 3.18 et 3.19 un plus grand nombre de particules arrondies que sur les figures 3.14 et 3.15 représentant respectivement des particules mélangées dans les mélangeurs double cône et à fluidisation mécanique sans l'utilisation des couteaux à haute vitesse.

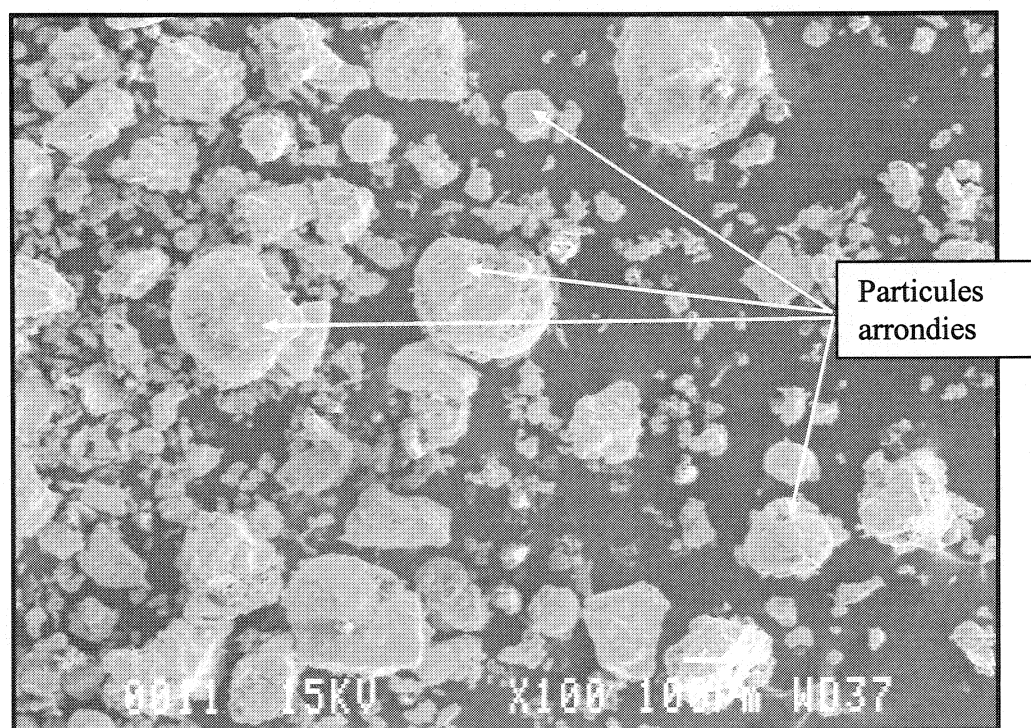


Figure 3.18 : Poudre de base mélangée dans le mélangeur à fluidisation mécanique avec les couteaux à haute vitesse



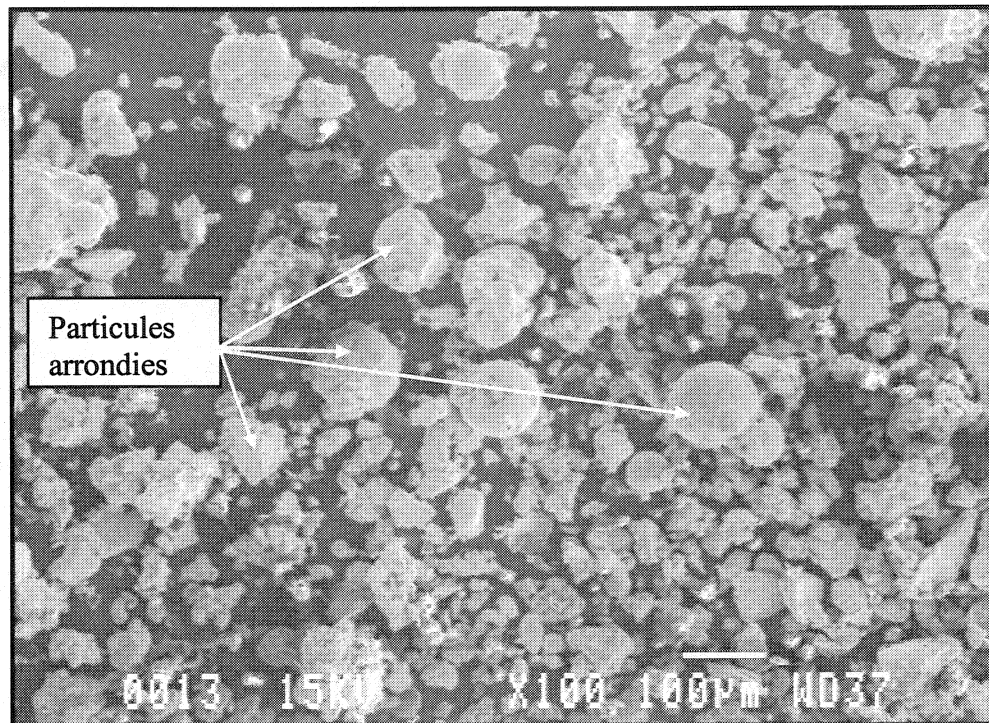


Figure 3.19 : Poudre de base mélangée dans le mélangeur à fluidisation mécanique avec les couteaux à haute vitesse

À la suite des observations au MEB, la sphéricité des particules a de nouveau été mesurée. Le tableau 3.17 montre les résultats obtenus lors de l'analyse d'images. Il est à noter que la seule variable dans le cas présent est l'utilisation du mélangeur à fluidisation mécanique avec et sans les couteaux à haute vitesse ce qui permet de déterminer l'effet de ces deux paramètres (mélangeur à fluidisation mécanique et les couteaux à haute vitesse) sur la morphologie.

Tableau 3.17 : Mesure de sphéricité pour différents mélanges

Mélange	Nombre de particules mesurées	Coefficient de sphéricité
MP35 Double cône 15 min	107	$0,62 \pm 0,04$
MP35 Fluidisation mécanique 16 min + Double cône 15 minutes	117	$0,66 \pm 0,03$
MP35 Fluidisation mécanique 16 min avec couteaux à haute vitesse + Double cône 15 minutes	128	$0,70 \pm 0,03$

Les résultats du tableau 3.17 confirment les observations réalisées au MEB. En effet, l'utilisation des couteaux à haute vitesse favorise un arrondissement des particules plus important. Avec l'emploi des couteaux à haute vitesse, le coefficient de sphéricité a augmenté de 0,04 par rapport à un mélange réalisé dans les mêmes conditions, mais pour lequel les couteaux à haute vitesse n'étaient pas en fonction (0,70 vs 0,66). De plus, cette augmentation de la sphéricité est encore plus importante lorsqu'une comparaison entre le mélangeur double cône et l'utilisation des couteaux à haute vitesse est effectuée. Dans ce cas, le coefficient de sphéricité a augmenté de 0,08 (0,70 vs 0,62).

### **3.6. Conclusions**

Une comparaison au niveau des propriétés de différents mélanges réalisés dans deux types de mélangeurs (double cône et fluidisation mécanique) a été réalisée. Plusieurs résultats sont ressortis de ces essais. Tout d'abord, nous avons montré que le mélangeur à fluidisation mécanique était beaucoup plus efficace qu'un mélangeur double cône étant donné que des propriétés similaires et des mélanges homogènes étaient obtenus en moins de temps (4 minutes vs 15 minutes). De plus, une augmentation du temps de mélange avec le mélangeur à fluidisation mécanique a eu des effets bénéfiques sur l'ensemble des propriétés à l'exception de la résistance à vert. La résistance à vert se détériorait pour des temps de mélange supérieurs à 4 minutes.

L'utilisation d'un mélangeur à fluidisation mécanique a offert la possibilité de réduire la quantité de lubrifiant utilisée, car les forces d'éjection étaient similaires à celles obtenus pour un mélange réalisé dans un mélangeur double cône et ce pour une quantité moindre. La quantité de lubrifiant a pu être réduite de 0,2%, ce qui a entraîné une amélioration de l'ensemble des propriétés.

Le mélangeur à fluidisation mécanique, dû à l'action des socs, a influencé la distribution granulométrique du mélange ainsi que la morphologie des particules. En effet, la quantité de fines particules ( $-45\text{ }\mu\text{m}$  ( $-325$  mailles)) a augmenté de 41% pour un temps de mélange de 8 minutes. Au niveau de la morphologie, les particules ont subi un

arrondissement (confirmé par l'analyse d'image), ce qui a conduit à l'obtention d'une meilleure densité apparente, mais à une résistance à vert moindre. L'emploi des couteaux à haute vitesse a accentué les effets obtenus sur la granulométrie et sur la morphologie donnant un gain de  $0,16\text{g/cm}^3$  par rapport à un mélange pour lequel les couteaux à haute vitesse n'étaient pas en fonction. De plus, les couteaux à haute vitesse ont entraîné une diminution deux fois plus importante de la résistance à vert que l'emploi conventionnel du mélangeur à fluidisation mécanique, c'est-à-dire sans l'utilisation des couteaux à haute vitesse.

## CHAPITRE 4

# ÉTUDE DES PROPRIÉTÉS PHYSIQUES ET MÉCANIQUES POUR DES MÉLANGES DE POUDRES UTILISANT UN NOUVEAU LUBRIFIANT

---

### **4.1 Introduction**

Au départ, deux possibilités étaient envisagées afin de parvenir à réduire la quantité de lubrifiant à l'intérieur d'un mélange de poudres. Or, dans la section précédente, une nouvelle technique de mélange a été étudiée. Par conséquent, cette section traite d'essais réalisés avec un nouveau lubrifiant pouvant être utilisé en quantité inférieure aux lubrifiants conventionnels.

Ce nouveau lubrifiant, plus particulièrement cette cire modifiée, est appelé le PS-1000B. Ce lubrifiant a la particularité de pouvoir agir également comme liant temporaire dans certaines conditions de mélange bien précises, ce qui s'avère très avantageux au niveau de l'émission de poussières et de la ségrégation. Ainsi, ce chapitre montre l'ensemble des résultats obtenus avec le PS-1000B. De plus, il est possible dans ce chapitre de valider les résultats obtenus avec le mélangeur à fluidisation étant donné que l'utilisation du mélangeur à fluidisation mécanique avec ce nouveau lubrifiant a également été évaluée. En effet, il était envisagé que la combinaison de cette nouvelle technique de

mélange combiné avec un lubrifiant plus performant pourrait permettre une réduction encore plus importante de la quantité de lubrifiant.

#### ***4.2 Les différents paramètres étudiés***

Les mélanges réalisés avec ce nouveau lubrifiant ont été effectués dans un mélangeur double cône d'une capacité effective de 200 lb et dans des mélangeurs à fluidisation mécanique d'une capacité effective de 20 et 40 lb. L'utilisation de ces deux mélangeurs avait pour but de vérifier si le cisaillement engendré dans le mélangeur à fluidisation mécanique pouvait s'avérer bénéfique pour ce nouveau lubrifiant. De plus, il a fallu s'interroger sur la méthode d'introduction de ce dernier ainsi que sur les temps de mélanges étant donné que ce lubrifiant était entièrement nouveau. L'effet de la combinaison de différents paramètres de mélange sur le nouveau lubrifiant a également été considéré (temps de mélange, vitesse de rotation des socs, utilisation ou non des couteaux haute vitesse). Pour chacun des mélanges, les propriétés physiques et mécaniques ont été évaluées afin d'être en mesure de comparer l'efficacité de ce nouveau lubrifiant par rapport aux lubrifiants conventionnels et d'être en mesure de définir les paramètres de mélange optimaux pour ce lubrifiant.

Les différents mélanges, dans cette section, ont été réalisés avec les poudres MP32, MP35 et MP35sp2 de la compagnie Domfer. Ces poudres sont caractérisées par des compressibilités et des résistances à vert différentes. En effet, la MP35sp2 est une poudre qui a une compressibilité relativement élevée, la MP32 a une compressibilité plus faible alors que la MP35 a une compressibilité comprise entre ces deux poudres. Pour ce qui est de la résistance à vert, c'est la MP32 qui a les valeurs les plus élevées, suivie de la MP35 et de la MP35sp2. D'ailleurs, le tableau 4.1 montre des valeurs typiques de ces propriétés pour chacune des poudres, pour des mélanges avec 1% graphite, 2% cuivre et 0,75% ZnSt.

Tableau 4.1 : Propriétés des poudres utilisées

Poudres	Écoulement typique (sec/50g)	Densité apparente ( $\text{g/cm}^3$ )	Compressibilité en $\text{g/cm}^3$ à une pression de 414 MPa (30 tsi)	Résistance à vert en MPa (psi) pour une densité de $6,80\text{g/cm}^3$
MP32	33	2,77 à 2,89	6,66	12,41 (1800)
MP35	31	3,13 à 3,28	6,70	7,41 (1175)
MP35sp2	28	3,30 à 3,45	6,86	5,69 (825)

### **4.3 Caractérisation du nouveau lubrifiant PS-1000B**

Pour caractériser et connaître un peu mieux ce lubrifiant, une analyse utilisant la méthode de la calorimétrie différentielle à balayage (DSC) a été réalisée sur le lubrifiant PS-1000B afin de déterminer les températures importantes comme la température de transition vitreuse, la température de fusion et/ou des températures de transitions cristallines. À ce point, il importe de définir les températures de fusion et de transition vitreuse associées à un polymère.

La température de fusion est celle des domaines cristallins de l'échantillon de polymère alors que la température de transition vitreuse est celle au-dessous de laquelle les domaines amorphes d'un polymère acquièrent les propriétés caractéristiques de l'état vitreux, c'est-à-dire la fragilité et la rigidité. La différence entre ces deux transitions thermiques peut-être mieux comprise en considérant les changements qui se produisent lors du refroidissement d'un polymère liquide. Les énergies de translation, de rotation et de vibration des molécules d'un polymère diminuent au refroidissement. Lorsque les énergies de translation et de rotation sont devenues pratiquement nulles, la cristallisation est possible. Si certaines conditions de symétrie sont vérifiées, les molécules sont capables de s'empiler en un arrangement régulier et la cristallisation peut se produire. La température à laquelle ceci se produit est la température de fusion cristalline. Cependant, tous les polymères ne satisfont pas à ces conditions de symétrie. Si tel est le cas, la cristallisation ne se produit pas, mais l'énergie des molécules continue de décroître



lorsque la température diminue. La température finit par atteindre une valeur à laquelle s'arrête tous les mouvements à grande échelle des chaînes polymériques et le polymère est dans un état vitreux, dur et relativement fragile (Baïlon, 2000). Il est à noter que les chaînes du polymère se déforment au-dessus de la température de transition vitreuse due à l'agitation thermique, ce qui rend le polymère de plus en plus souple.

L'analyse DSC réalisée sur le PS-1000B est présentée à la figure 4.1 et elle a été obtenue pour une gamme de températures variant entre 0 et 160°C. De plus, il est à noter que la température augmentait à un taux de 10 °C/min.

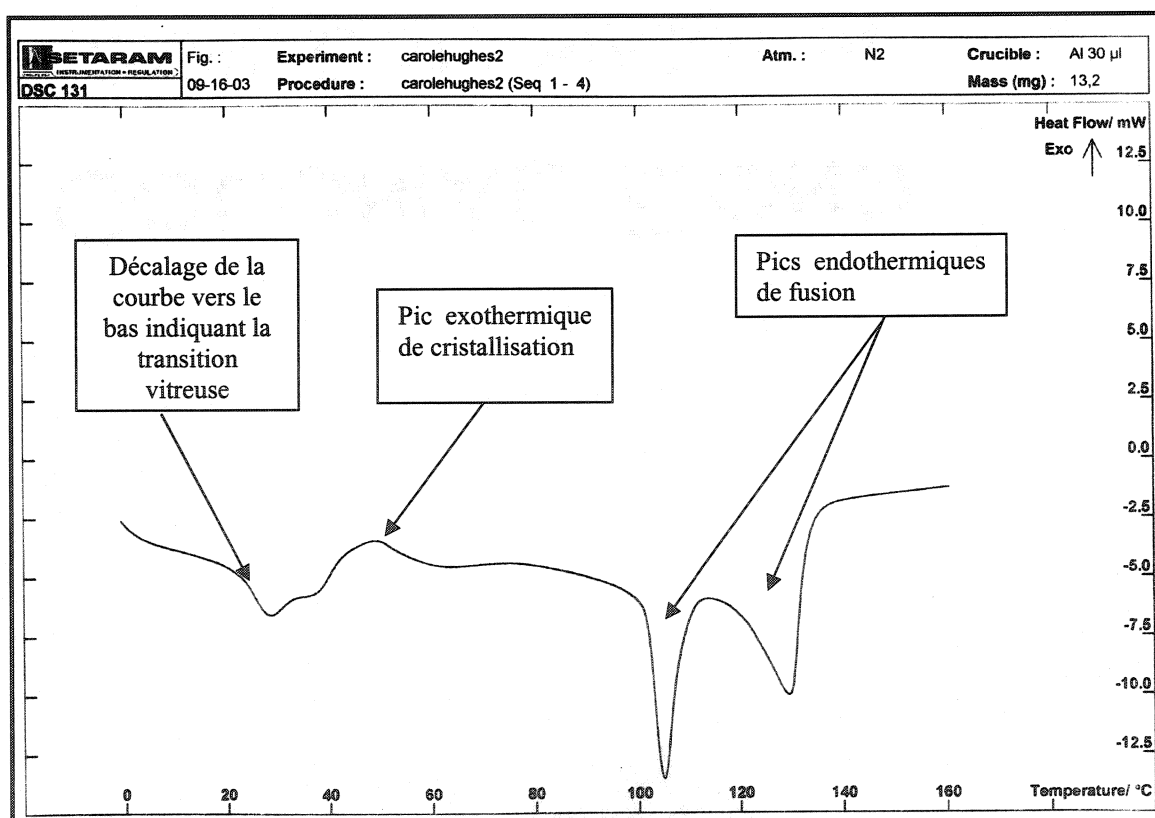


Figure 4.1 : DSC réalisé sur le PS-1000B

D'après la figure 4.1 montrant le DSC, il appert qu'il y a quatre phénomènes qui se produisent à des températures différentes. Tout d'abord, l'observation d'un premier pic exothermique à une température d'environ 50°C résulte de la cristallisation du matériau. Par conséquent, la température de transition vitreuse doit être inférieure à cette température et on peut voir que cette dernière se situe à une température d'environ 25°C. En effet, sur le DSC, le tracé se décale soudainement vers le bas ce qui signifie que le flux de chaleur augmente, et que la chaleur spécifique du polymère augmente. Ceci se produit parce que le polymère vient juste de passer par la phase de transition vitreuse. Or, les polymères ont une chaleur spécifique plus élevée au-dessus de la température de transition vitreuse. Par la suite, deux pics endothermiques sont observés et ils correspondent probablement à la température de fusion de deux composantes du polymère. Ainsi, le PS-1000B doit être formé à partir de la combinaison de deux substances distinctes. Une première substance qui a un point de fusion autour de 105°C et une deuxième substance qui a un point de fusion autour de 130°C.

#### ***4.4 Le PS-1000B mélangé avec un mélangeur double cône***

Les premiers essais avaient pour but, dans un premier temps, de comparer des mélanges contenant 0,25%, 0,3% et 0,4% du nouveau lubrifiant PS-1000B avec des quantités de 0,75% de lubrifiants conventionnels (ZnSt, EBS) afin d'évaluer la réduction possible de la quantité de lubrifiant. Par conséquent, différents mélanges d'une quantité relativement

importante, 175 lb, ont été réalisés dans un mélangeur double cône afin de se rapprocher des conditions de production étant donné qu'en métallurgie des poudres de très bons résultats sont obtenus en laboratoire (petite échelle), mais ces derniers sont parfois difficiles à reproduire à grande échelle. Les différents mélanges contenant du PS-1000B ont été mélangés selon la procédure suivante :

- 1) Mélange pendant 24 minutes de la poudre de base avec les additifs dans le mélangeur double cône
- 2) Ajout du lubrifiant PS-1000B et mélange pendant 6 minutes

Il est à noter que dans le cas des lubrifiants conventionnels, les mélanges (poudre + additifs + lubrifiant) étaient réalisés pendant 30 minutes dans le mélangeur double cône. Le tableau 4.2 résume les mélanges réalisés ainsi que les résultats obtenus lors de l'évaluation des diverses propriétés.

Tableau 4.2 : Mélanges réalisés dans un mélangeur double cône et propriétés obtenues

#	Mélanges	Lubrifiant	Écoulement (s/50g)*	Densité apparente (g/cm <sup>3</sup> )	Densité à vert à 414, 552 et 689 MPa (g/cm <sup>3</sup> )	Résistance à vert à 6.80, à 7.00 ou à 7.20g/cm <sup>3</sup> en MPa (psi)**	Pic d'éjection à 414, 552, 689 et 827 MPa (tonne force)
1	<b>MP32</b> 1% graphite 2% cuivre	0,75% ZnSt	33,5	2,88	6,66 6,94 7,09	12,24 (1775) 14,51 (2105) -	13,2 13,3 13,1 13,1
2	<b>MP32</b> 1% graphite 2% cuivre	0,75% EBS	37,9	2,66	6,67 6,94 7,08	15,05 (2183) 17,64 (2558) -	12,4 11,9 12,2 12,1
3	<b>MP32</b> 1% graphite 2% cuivre	0,25% PS-1000B	-	2,83	6,67 7,00 7,19	13,07 (1896) 16,32 (2367) -	12,3 14,3 16,9 18,1
4	<b>MP32</b> 1% graphite 2% cuivre	0,30% PS-1000B	-	2,75	6,65 6,98 7,17	12,97 (1881) 16,23 (2354) -	11,6 13,5 15,3 16,5
5	<b>MP32</b> 1% graphite 2% cuivre	0,40% PS-1000B	-	2,70	6,65 6,97 7,15	12,47 (1808) 15,58 (2259) -	11,7 11,6 13,1 13,7
6	<b>MP35sp2</b> 1% graphite 2% cuivre	0,75% ZnSt	28,6	3,33	6,87 7,07 7,18	- 8,61 (1249) -	11,9 12,5 13,2 13,3
7	<b>MP35sp2</b> 1% graphite 2% cuivre	0,75% EBS	32,6	3,08	6,88 7,09 7,20	- 10,22 (1483) -	11,8 11,9 12,0 11,8
8	<b>MP35sp2</b> 1% graphite 2% cuivre	0,25% PS-1000B	33,5	3,26	6,90 7,18 7,34	- 8,65 (1255) 10,69 (1551)	13,0 16,7 16,5 16,9
9	<b>MP35sp2</b> 1% graphite 2% cuivre	0,30% PS-1000B	35,1	3,21	6,90 7,17 7,31	- 8,52 (1235) 10,54 (1528)	12,8 14,6 14,9 15,6
10	<b>MP35sp2</b> 1% graphite 2% cuivre	0,40% PS-1000B	37,6	3,14	6,88 7,14 7,28	- 8,34 (1210) 19,48 (1520)	11,5 13,0 14,4 14,5

\* Les mesures d'écoulement dans le cas de la MP32 ne figurent pas dans le tableau étant donné qu'avec le PS-1000B l'écoulement n'était pas continu ce qui entraînait de grandes variations entre les mesures.

\*\* Étant donné la compressibilité très différente de ces deux poudres, les mesures de la résistance à vert de la MP32 ont été réalisées pour des densités de 6,80 et 7,00g/cm<sup>3</sup> alors que celles pour la MP35sp2 l'ont été pour des densités de 7,00 et 7,20g/cm<sup>3</sup>

Lors de l'élaboration de ces mélanges dans le mélangeur double cône, des difficultés ont été rencontrées avec le lubrifiant PS-1000B. En effet, les mélanges obtenus présentaient des hétérogénéités dues au fait que le lubrifiant avait tendance à former des agglomérats. Pour remédier à cette situation, il a fallu tamiser tous les mélanges réalisés avec le PS-1000B avec un tamis de 250 $\mu$ m (60 mailles). Devant ce résultat, une attention particulière doit être portée à l'agglomération et à l'homogénéité des mélanges lorsque le PS-1000B est utilisé comme lubrifiant. Le fait de devoir tamiser après la confection des mélanges n'est pas une pratique souhaitable ce qui a nécessité le développement d'une nouvelle technique de mélange (utilisant un mélange maître) évitant l'agglomération du lubrifiant (cette méthode est décrite dans la section 4.8).

#### **4.4.1 Mesure d'écoulement**

Les mesures d'écoulement obtenues avec la poudre MP35sp2 permettent de comparer le PS-1000B avec les lubrifiants conventionnels. Comme le montre la figure 4.2 tirée du tableau 4.2, l'écoulement pour une quantité de 0,25% de PS-1000B mélangé dans un double cône est similaire à celui que l'on obtient avec 0,75% d'EBS. En effet, un écoulement moyen de  $32,4 \pm 0,4$  sec/50g a été obtenu pour l'EBS alors que l'écoulement moyen pour 0,25% de PS-1000B était de  $33,5 \pm 0,5$  sec/50g. Par contre, le meilleur écoulement, 28,6 sec/50g, a été obtenu avec le ZnSt. Il est également observé, tout comme dans les mélanges réalisés avec le ZnSt et l'EBS du chapitre 3, qu'une diminution de la quantité de lubrifiant PS-1000B permet de réduire le temps d'écoulement des

mélanges. En diminuant la quantité de lubrifiant de 0,40% à 0,25%, le gain au niveau du temps d'écoulement a été d'environ 4 secondes. Ceci peut être attribuable au fait que le lubrifiant PS-1000B est très collant, ainsi en diminuant sa quantité dans le mélange, il en résulte un meilleur écoulement. De plus, comme il a été présenté dans le chapitre 1, les lubrifiants sont généralement des matériaux qui s'écoulent difficilement ainsi une augmentation de leur quantité contribue à hausser le temps d'écoulement du mélange. Ces résultats d'écoulement sont décevants car il était souhaité avec ce nouveau lubrifiant d'obtenir des propriétés égales ou supérieures à celles obtenues avec les lubrifiants conventionnels. Il faudra ainsi tenter d'améliorer l'écoulement des mélanges avec le PS-1000B. Pour ce faire, il a été envisagé d'utiliser le mélangeur à fluidisation mécanique et/ou d'utiliser un agent favorisant l'écoulement tel que le cabosil.

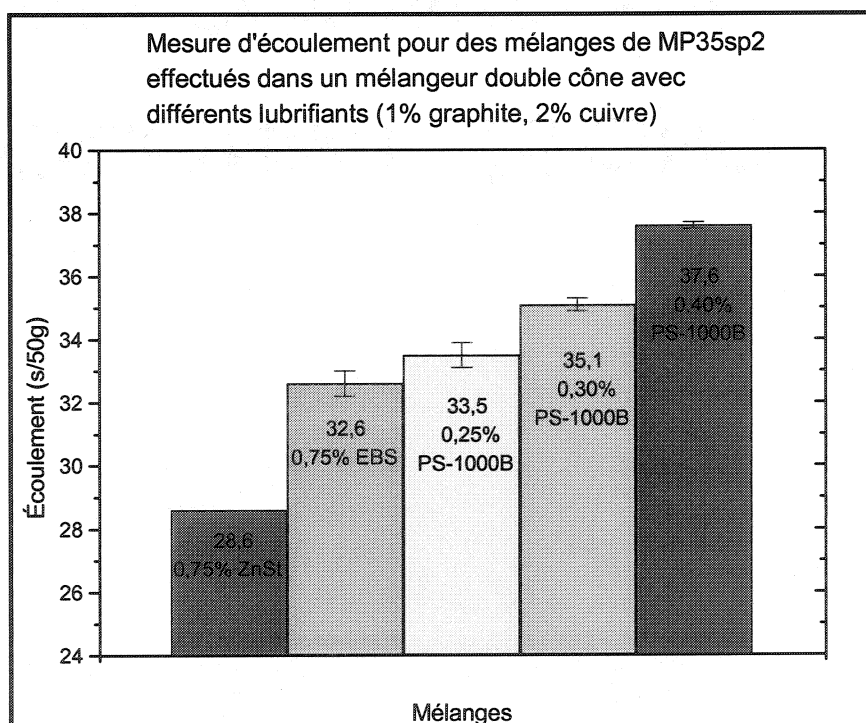


Figure 4.2 : Écoulement des mélanges réalisés avec différentes quantités de PS-1000B dans un mélangeur double cône

#### 4.4.2 Mesure de la densité apparente

Les mesures de la densité apparente pour les mélanges réalisés avec les poudres MP32 et MP35sp2 montraient sensiblement les mêmes tendances pour des quantités de lubrifiant équivalentes. D'ailleurs, le tableau 4.3 illustre les écarts obtenus pour les différents mélanges par rapport à un mélange contenant 0,75% de ZnSt.

Tableau 4.3 : Écart de densité apparente par rapport à un même mélange avec 0,75% ZnSt

Quantité de Lubrifiant	Densité apparente obtenue avec la <b>MP32</b> (g/cm <sup>3</sup> )	Écart pour la <b>MP32</b> par rapport à une quantité de 0,75% ZnSt (g/cm <sup>3</sup> )	Densité apparente obtenue avec la <b>MP35sp2</b> (g/cm <sup>3</sup> )	Écart pour la <b>MP35sp2</b> par rapport à une quantité de 0,75% ZnSt (g/cm <sup>3</sup> )
0,75% ZnSt	2,88	-	3,33	-
0,75% EBS	2,66	-0.22	3,08	-0.25
0,25% PS-1000B	2,83	-0.05	3,26	-0.07
0,30% PS-1000B	2,75	-0.13	3,21	-0.12
0,40% PS-1000B	2,70	-0.18	3,14	-0.19

Le tableau 4.3 montre clairement que le ZnSt est le lubrifiant qui a permis d'obtenir les meilleurs résultats au niveau de la densité apparente. Le mélange contenant une quantité de 0,25% de PS-1000B est celui dont la densité apparente s'est approchée le plus du ZnSt avec des écarts autour de 0,05 g/cm<sup>3</sup>. Cependant, des quantités variant entre 0,25% et 0,40% de PS-1000B ont donné des meilleurs résultats de densité apparente que 0,75% d'EBS. De plus, comme dans le cas des lubrifiants conventionnels, une diminution de la quantité de PS-1000B a entraîné une augmentation de la densité apparente. Cependant, tout comme pour l'écoulement, ces résultats de densité apparente sont quelque peu

décevants et il faudra parvenir à augmenter la densité apparente des mélanges réalisés avec le PS-1000B. L'utilisation du mélangeur à fluidisation mécanique s'avère une option intéressante étant donné qu'il a été démontré dans le chapitre 3 que l'utilisation d'un tel mélangeur permettait des gains au niveau de la densité apparente. En effet, à la section 3.2.2, des gains de  $0,06 \text{ g/cm}^3$  avaient été obtenus pour des mélanges de 15 minutes dans le mélangeur à fluidisation mécanique par rapport à un mélangeur double cône.

#### 4.4.3 Mesure de la compressibilité

Les courbes de compressibilité des mélanges figurant dans le tableau 4.2 ont été tracées et elles correspondent aux figures 4.3 et 4.4.

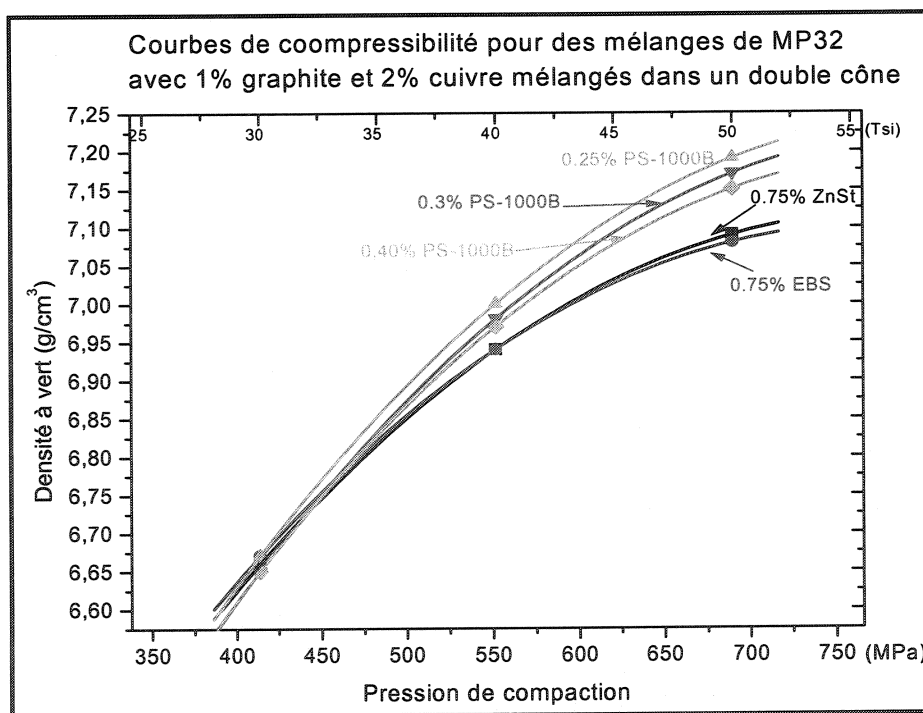


Figure 4.3 : Courbes de compressibilité pour les mélanges de MP32



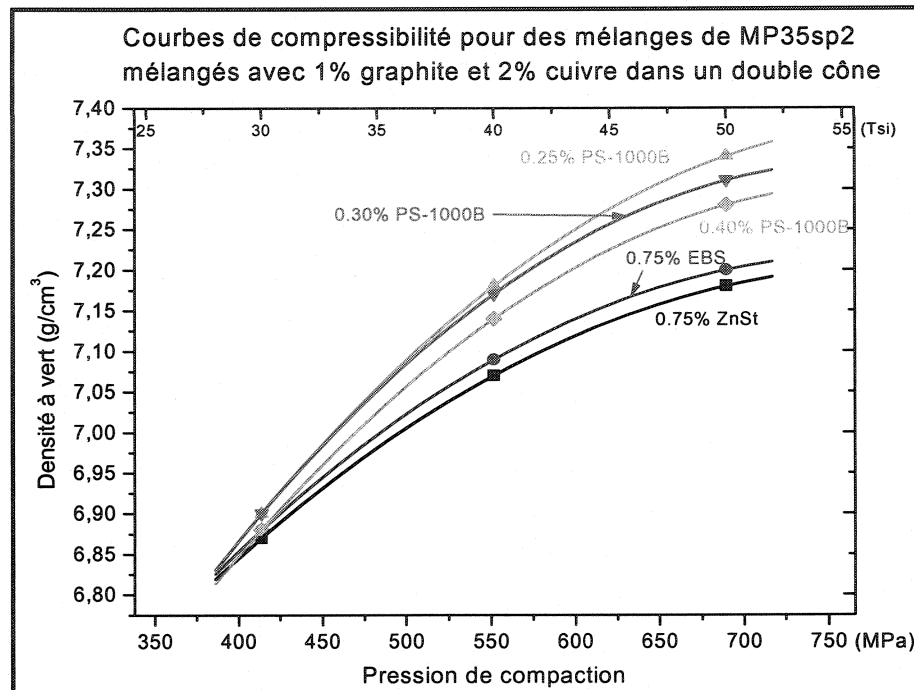


Figure 4.4 : Courbes de compressibilité pour les mélanges de MP35sp2

Les courbes de compressibilité montrent qu'il est possible d'obtenir avec le PS-1000B un gain significatif au niveau de la densité lorsque la pression de compaction est élevée. En effet, l'utilisation d'une quantité moindre de PS-1000B pour les deux types de poudres a permis d'obtenir des densités plus élevées comparativement aux mélanges contenant des lubrifiants et des quantités conventionnelles. Le tableau 4.4 présente les gains absolus obtenus pour chacune des poudres par rapport au ZnSt. Il est à noter que seulement le ZnSt est considéré étant donné que l'EBS offre sensiblement les mêmes résultats de compressibilité (voir figures 4.3 et 4.4 et le tableau 1.2).

Tableau 4.4 : Gains obtenus au niveau de la compressibilité avec l'emploi du PS-1000B

Pressions	Gains de compressibilité ( $\text{g/cm}^3$ ) obtenus pour la <b>MP35sp2</b> avec le PS-1000B comparativement à 0.75% ZnSt pour différentes pressions			Gains de compressibilité ( $\text{g/cm}^3$ ) obtenus pour la <b>MP32</b> avec le PS-1000B comparativement à 0.75% ZnSt pour différentes pressions		
	0.25% PS-1000B	0.30% PS-1000B	0.40% PS-1000B	0.25% PS-1000B	0.30% PS-1000B	0.40% PS-1000B
414 MPa (30 Tsi)	0.03	0.03	0.01	0.01	-0.01	-0.01
552 MPa (40 Tsi)	0.11	0.10	0.07	0.06	0.04	0.03
689 MPa (50 Tsi)	0.16	0.13	0.10	0.10	0.08	0.06

Il est remarqué que c'est le fait d'utiliser une quantité moindre de lubrifiant qui permet ces gains au niveau de la compressibilité, car en augmentant la quantité de PS-1000B, les gains de compressibilité diminuent. Il est également observé que les gains sont plus élevés dans le cas de la poudre MP35sp2. Par exemple, à 689 MPa (50 tsi) et pour une quantité de lubrifiant de 0,25% PS-1000B, des gains de l'ordre de  $0,16 \text{ g/cm}^3$  ont été obtenus alors qu'avec la poudre MP32 le gain était de  $0,10 \text{ g/cm}^3$ . Ceci s'explique dû aux différences de granulométrie et de morphologie qu'il y a entre les deux poudres (voir tableau 4.5 pour connaître la granulométrie de ces deux poudres).

Tableau 4.5 : Granulométrie des poudres utilisées (% poids)

Tamis (maille)	MP32	MP35sp2
+60	0,0	1,8
+80	2,2	17,8
+100	6,8	12,8
+140	18,5	20,7
+200	24,2	17,9
+325	29,0	16,6
-325	19,3	12,4

Comme l'illustre le tableau 4.5, la poudre MP35sp2 est beaucoup plus grossière que la poudre MP32. Or, comme mentionné dans la revue de la littérature, les poudres grossières ont tendance à être plus compressibles principalement parce que les petites particules résistent plus à la déformation (German, 1994). En effet, les petites particules présentent plus de points de contacts par unité de volume que les grosses et elles se consolident donc plus rapidement lors du pressage. Par conséquent, le gain plus élevé au niveau de la compressibilité avec la poudre MP35sp2 est associable au fait que la diminution de la quantité de lubrifiant permet aux grosses particules de se déformer encore plus alors que dans le cas de la MP32, le gain est limité étant donné la quantité plus importante de petites particules difficiles à déformer. De plus, les particules de MP35sp2 sont plus rondes et contiennent moins d'oxygène que les particules de MP32. Or, des particules rondes, grossières et contenant moins d'oxygène sont tous des facteurs militant en faveur de l'obtention d'une bonne compressibilité. Ainsi, ces facteurs sont sûrement à l'origine des gains de compressibilité plus élevés obtenus avec la MP35sp2 qu'avec la MP32. L'obtention de ces gains au niveau de la compressibilité est très important, car pour une même pression, on obtient une densité plus élevée et donc une amélioration des propriétés tel que la limite d'élasticité, la résistance à la rupture, la ductilité et la ténacité et ce de façon exponentielle (voir figure 1.3).

#### 4.4.4 Mesure de la résistance à vert

Les résultats de résistance à vert obtenus pour la poudre MP32 ont montré qu'il était possible en utilisant le lubrifiant PS-1000B d'améliorer cette propriété par rapport à l'emploi du ZnSt. En effet, d'après les valeurs tirées du tableau 4.2, il a été possible avec un mélange de MP32 contenant 0,25% de PS-1000B d'obtenir une amélioration de 7% pour une densité de  $6,8\text{g/cm}^3$  et de 12% pour une densité de  $7,0\text{ g/cm}^3$  au niveau de la résistance à vert comparativement à un même mélange avec 0,75% ZnSt. De plus, les résultats avec le PS-1000B concordent avec les résultats présentés dans le chapitre 3 démontrant que l'utilisation d'une quantité moindre de lubrifiant améliorait la résistance à vert des comprimés. Les gains de résistance à vert avec 0,40% de PS-1000B par rapport à 0,75% ZnSt étaient inférieurs à ceux obtenus avec 0,25%. Ces gains étaient de 2% pour une densité de  $6,8\text{ g/cm}^3$  et de 7% pour une densité de  $7,0\text{ g/cm}^3$ . Par contre, bien que le PS-1000B permette d'améliorer la résistance à vert, il n'en demeure pas moins que c'est toujours l'EBS qui permet d'obtenir les meilleurs résultats. La figure 4.5 montre les résistances à vert obtenues avec la poudre MP32.

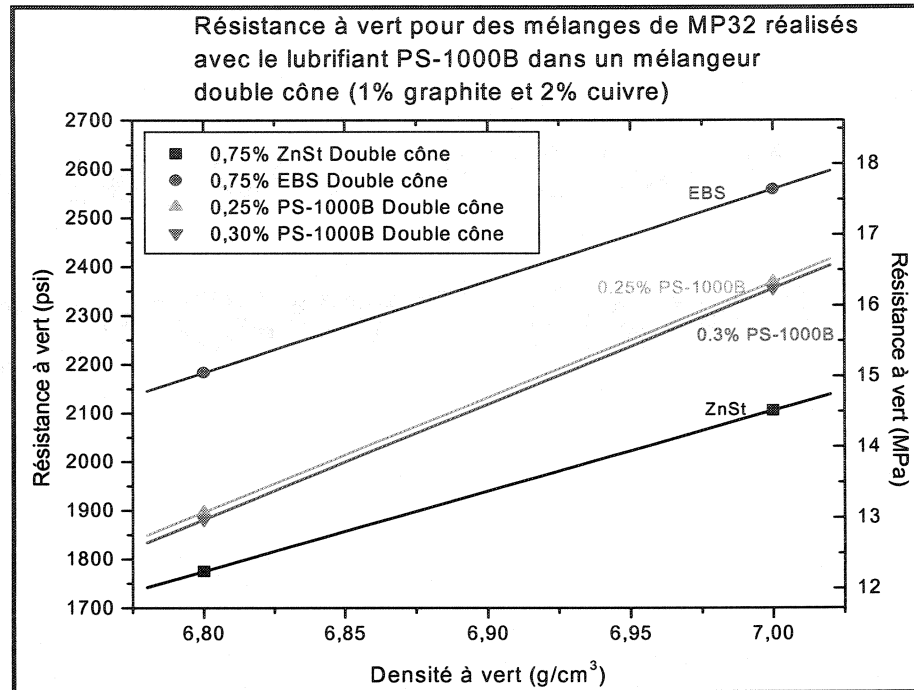


Figure 4.5 : Résistance à vert pour les mélanges de MP32 mélangés dans un double cône

Il est à noter que les résultats de la résistance à vert pour la poudre MP35sp2 montraient des gains beaucoup moins importants que dans le cas de la MP32. En effet, la résistance à vert pour une densité de  $7,0 \text{ g/cm}^3$  (voir tableau 4.2) a donné un gain inférieur à 1% avec 0,25% de PS-1000B comparativement à 0,75% de ZnSt (8,65 MPa pour 0,25% PS-1000B et 8,61 MPa pour 0,75% ZnSt). De plus, pour des quantités de PS-1000B supérieures à 0,25%, les résistances à vert étaient inférieures à celles obtenues avec le ZnSt. Ceci peut être attribuable au fait que des agglomérats de lubrifiant et de particules de poudre s'étaient formés dans les mélanges de PS-1000B. Or, généralement, c'est les petites particules qui cherchent à s'agglomérer (German, 1994). Ainsi, lors du tamisage des mélanges avec le PS-1000B, les agglomérats ont été enlevés réduisant du même coup la quantité de fines à l'intérieur du mélange. Cependant, pour la poudre MP35sp2, la

quantité de fines est relativement faible et il se peut, dans ce cas, que l'élimination d'une certaine quantité de fines particules influence de façon importante la résistance à vert étant donné que ce sont ces dernières qui sont responsables, en partie, de l'obtention d'une résistance à vert élevée. Par contre, dans le cas de la poudre MP32 la quantité de fines particules contenue initialement dans le mélange est beaucoup plus importante ainsi l'élimination de fines particules due aux agglomérats peut avoir eu moins d'influence sur la résistance à vert. Ceci serait à l'origine des gains plus élevés obtenus avec la poudre MP32 par rapport à la poudre MP35sp2 au niveau de la résistance à vert lors de l'utilisation du PS-1000B comparativement au ZnSt.

#### **4.4.5 Mesure des forces d'éjection**

Comme des résultats prometteurs ont été obtenus au niveau de la compressibilité avec une quantité beaucoup moindre de lubrifiant, il importe de s'attarder aux forces d'éjection obtenues avec le lubrifiant PS-1000B. En effet, le risque avec une réduction aussi importante de la quantité de lubrifiant est un endommagement des matrices. Par conséquent, l'étude des forces d'éjection a permis d'obtenir des informations utiles concernant la quantité de lubrifiant à utiliser. Il est à noter que seulement les valeurs des pics d'éjection sont présentées étant donné que les forces moyennes d'éjection n'ont pas été mesurées lors de cette série d'essais. Par contre, des valeurs moyennes de force d'éjection sont fournies dans des sections subséquentes et elles permettront de mieux

juger la viabilité de ce lubrifiant utilisé en aussi faible quantité. Les figures 4.6 et 4.7 montrent les résultats obtenus lors de la mesure des pics d'éjection.

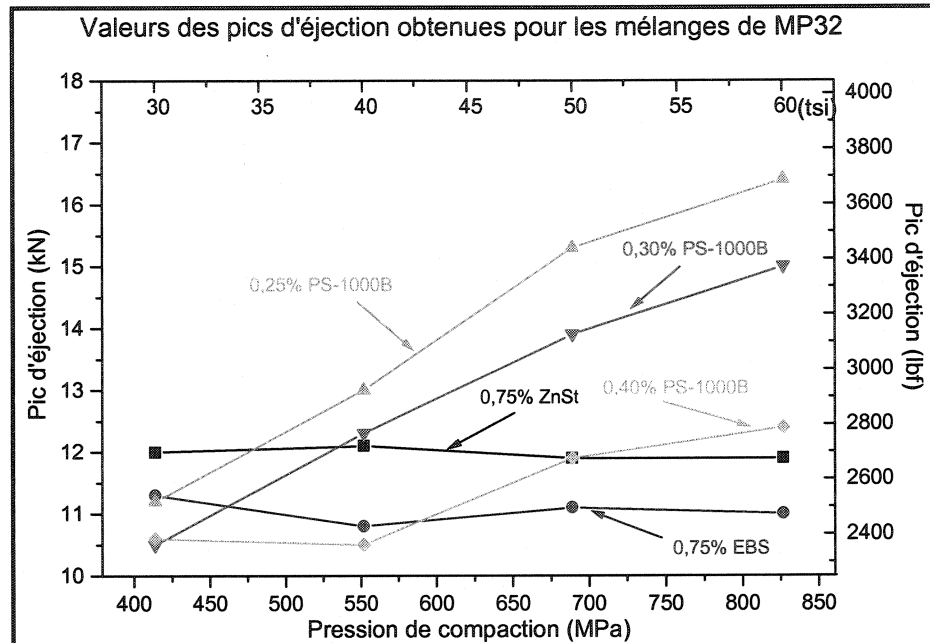


Figure 4.6: Mesure des pics d'éjection obtenus avec les mélanges de MP32

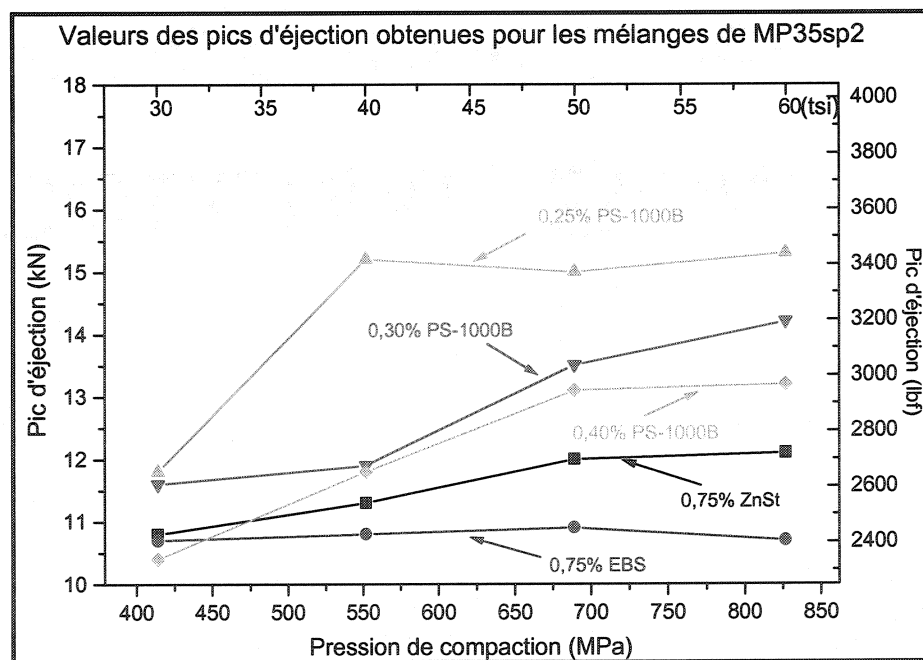


Figure 4.7 : Mesure des pics d'éjection obtenus avec les mélanges de MP35sp2

La figure 4.6 concernant les mélanges de MP32 montre que pour des pressions inférieures à 552 MPa (40 tsi), le lubrifiant PS-1000B donne des valeurs de pics d'éjection semblables ou inférieures au ZnSt dépendant de la quantité utilisée. En effet, à 414 MPa (30 tsi), tous les mélanges contenant du PS-1000B (0,25%, 0,30%, et 0,40%) ont une valeur de leur pic d'éjection inférieure à celui du mélange avec 0,75% ZnSt. Cependant, il est remarqué que la valeur du pic d'éjection pour le PS-1000B augmente avec une élévation de la pression de compaction contrairement aux lubrifiants conventionnels qui eux offrent une valeur relativement constante du pic d'éjection indépendamment de la pression (pour 0,75% ZnSt la valeur du pic d'éjection était de 12 kN à 414 MPa (30 tsi) et de 11,9 kN à 827 MPa (60 tsi) alors que pour 0,25% PS-1000B la valeur du pic était de 11,2 kN et de 16,4 kN respectivement). Cette observation s'explique peut-être par le fait que pour les mélanges avec du PS-1000B la quantité de lubrifiant est insuffisante. Ainsi, pour des pressions de compaction élevées, il n'y a peut-être pas suffisamment de lubrifiant en surface ce qui requiert donc une force plus grande pour mettre les pièces en mouvement. Par contre, une augmentation de la quantité de PS-1000B permet d'obtenir un comportement similaire aux lubrifiants conventionnels. En effet, le mélange avec 0,40% de PS-1000B montre une variation de la valeur du pic d'éjection de 1,8 kN entre 414 et 827 MPa (30 et 60 tsi) alors que la variation pour 0,25% de PS-1000B est de 5,2 kN. L'EBS et le ZnSt suivent la même tendance, c'est-à-dire qu'ils donnent des valeurs constantes indépendamment de la pression, mais l'EBS, tout comme au chapitre 3, permet l'obtention des meilleurs résultats. À l'aide de ces observations, il est possible de conclure que des quantités de 0,25 et de 0,3% de PS-



1000B conduisent à une augmentation des pics d'éjection pour des pressions de compaction supérieures à 552 MPa (40 tsi) lorsque les mélanges sont réalisés dans un mélangeur double cône. Par contre, une quantité de 0,40% PS-1000B semble acceptable, car ce mélange a permis d'obtenir de meilleurs résultats que le ZnSt pour des pressions de 414 et 552 MPa (30 et 40 tsi) et des résultats similaires pour des pressions de 689 et 827 MPa (50 et 60 tsi).

La figure 4.7 quant à elle montre les résultats obtenus avec la poudre MP35sp2. Dans ce cas, les mêmes tendances que pour la poudre MP32 sont observées avec le PS-1000B sauf que les mesures à 552 MPa (40 tsi) sont quelque peu plus élevées pour la poudre MP35sp2. De plus, il est remarqué que la variation de la valeur du pic d'éjection entre les pressions de compaction faibles, 414 MPa (30 tsi), et les pressions de compaction élevées, 827 MPa (60 tsi), est un peu moindre dans le cas de la MP35sp2 pour les teneurs en lubrifiant de 0,25 et 0,3%. Par exemple, dans le cas de la poudre MP32 l'écart était de 5,2 kN alors qu'il est de 3,5 kN pour la poudre MP35sp2.

En résumé, les mélanges réalisés dans le mélangeur double cône avec le PS-1000B ont démontré qu'il était possible avec ce nouveau lubrifiant d'obtenir une amélioration au niveau de la compressibilité et de la résistance à vert et ce surtout pour des pressions de compaction élevées. Par contre, l'utilisation d'un mélangeur double cône ne semblait pas s'avérer une technique de mélange appropriée avec ce nouveau lubrifiant dû à la formation d'agglomérats rendant le mélange hétérogène. Par conséquent, l'utilisation du

mélangeur à fluidisation mécanique pour les mélanges contenant le PS-1000B pourrait remédier à ce problème en plus d'améliorer les résultats décevants obtenus au niveau de la densité apparente et de l'écoulement. D'ailleurs, ceci a conduit à l'obtention de nouveaux résultats présentés à la section suivante.

#### ***4.5 Le PS-1000B mélangé avec un mélangeur à fluidisation mécanique***

Dans le chapitre 3, il a été démontré que l'utilisation d'un mélangeur à fluidisation mécanique permettait d'améliorer l'écoulement et la densité apparente avec une augmentation du temps de mélange. Par conséquent, il a été pensé qu'il serait possible d'améliorer les résultats précédents en utilisant un mélangeur à fluidisation mécanique. De plus, comme il a été mentionné précédemment, le lubrifiant PS-1000B mélangé dans un mélangeur double cône entraînait la formation d'agglomérats rendant le mélange hétérogène et il fallait tamiser après chaque mélange ce qui s'avère inacceptable en production. Ainsi, les socs à l'intérieur du mélangeur pourraient avoir un effet très bénéfique en empêchant la formation d'agglomérats éliminant ainsi l'étape de tamisage et favorisant l'obtention d'un mélange homogène.

Une première série de mélanges a été réalisée en suivant la même procédure que celle utilisée pour caractériser l'effet du mélangeur à fluidisation mécanique avec des lubrifiants conventionnels (chapitre 3), c'est-à-dire mélangé pendant 15 minutes, mais en prélevant des échantillons après 1, 2, 4, 6, 10 et 15 minutes. Il est à noter que la poudre utilisée était la même que celle employée pour les essais du chapitre 3 (MP35 avec la même granulométrie grossière) de sorte que les résultats puissent être comparés entre eux. Le tableau 4.6 montre les résultats obtenus pour les essais réalisés avec le PS-1000B dans le mélangeur à fluidisation mécanique. Il est à noter que la poudre de base et les additifs à l'exception du lubrifiant étaient mélangés préalablement pendant 2 minutes.

Tableau 4.6 : Résultats obtenus avec le PS-1000B dans le mélangeur à fluidisation mécanique pour différents temps de mélange

Mélange	Conditions de mélange	Écoulement (sec/50g)	Densité apparente (g/cm <sup>3</sup> )	Compressibilité à 276, 414, 552 et 689 MPa (20, 30, 40 et 50 tsi)	Résistance à vert pour des densités de 6,8 et 7,0 g/cm <sup>3</sup> en MPa (psi)
MP35 1% graphite 2% cuivre 0,3% PS-1000B	2 + 1 min fluidisation mécanique	39,6	3,03	6,34 6,77 7,03 7,15	-
	2 + 2 min fluidisation mécanique	38,8	3,07	6,34 6,77 7,02 7,15	7,12 (1032) 9,14 (1326)
	2 + 4 min fluidisation mécanique	38,1	3,09	6,35 6,78 7,02 7,17	-
	2 + 6 min fluidisation mécanique	37,2	3,10	6,34 6,77 7,02 7,16	7,05 (1022) 9,06 (1314)
	2 + 10 min fluidisation mécanique	36,5	3,11	6,34 6,78 7,03 7,17	-
	2 + 15 min fluidisation mécanique	35,8	3,12	6,34 6,78 7,03 7,17	6,83 (991) 8,74 (1268)
MP35 1% graphite 2% cuivre 0,75% ZnSt (référence)	15 minutes double cône	27,9	3,18	6,37 6,77 6,98 7,09	6,18 (896) 7,34 (1064)

Tout d'abord, en réalisant ce mélange, une attention particulière a été portée afin de vérifier si le mélangeur à fluidisation mécanique permettait d'enrayer la formation d'agglomérats de PS-1000B. Des observations visuelles ont alors été réalisées sur les

mélanges et il ne semblait pas y avoir formation d'agglomérats. Cependant, de façon à être certain de l'élimination des agglomérats, le mélange a été tamisé avec un tamis de 250  $\mu\text{m}$  après 2, 4 et 6 minutes de mélange et les agglomérats recueillis ont été pesés. Les résultats obtenus ont démontré qu'il n'y avait pratiquement pas d'agglomérats qui s'étaient formés. En effet, pour des mélanges d'environ 9 kg (20 lb), une quantité négligeable de 0,011% d'agglomération a été recueillie après 2 minutes de mélange et pour 4 et 6 minutes cette quantité avait diminué à 0,0075%. Ceci démontre donc que le mélangeur à fluidisation mécanique est beaucoup plus efficace au point de vue de l'homogénéité des mélanges avec le PS-1000B qu'un mélangeur double cône étant donné qu'il empêche la formation d'agglomérats. À la suite de cette amélioration avec le mélangeur à fluidisation mécanique, les propriétés obtenues ont été considérées.

#### **4.5.1 Mesure de l'écoulement**

L'écoulement obtenu en fonction des différents temps de mélange dans le mélangeur à fluidisation mécanique pour le PS-1000B a été comparé avec les mêmes essais réalisés avec les lubrifiants conventionnels. La figure 4.8 montre les résultats d'écoulement obtenus pour chacun des lubrifiants.

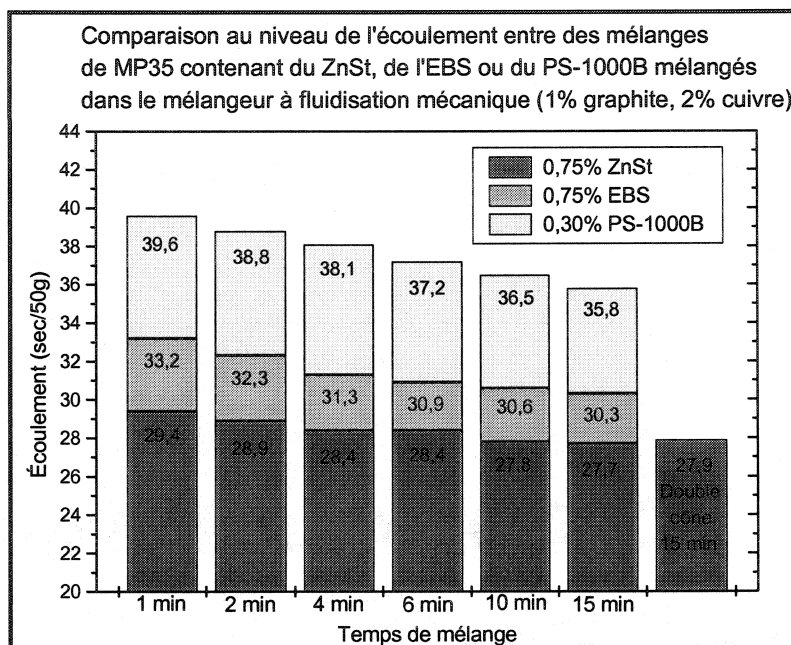


Figure 4.8 : Comparaison des temps d'écoulement pour le ZnSt, EBS et le PS-1000B

Les temps d'écoulement obtenus avec le PS-1000B sont de beaucoup supérieurs à ceux du ZnSt et de l'EBS. En effet, il y a une différence d'environ 8 à 10 secondes au niveau du temps d'écoulement en faveur du ZnSt et de 5 à 6 secondes en faveur de l'EBS par rapport au PS-1000B. De plus, la granulométrie de la poudre semble avoir un effet direct sur l'écoulement des mélanges avec le PS-1000B, car plus la granulométrie s'affine plus l'écart au niveau du temps d'écoulement entre le PS-1000B et les autres lubrifiants est important. D'ailleurs, le tableau 4.7 montre les écarts obtenus concernant la mesure de l'écoulement entre les 3 lubrifiants et les 3 types de poudre utilisés. Il est à noter que les colonnes intitulées "écart" dans le tableau représentent la différence par rapport au résultat obtenu avec le PS-1000B. De plus, la taille moyenne des particules a été obtenue à partir de la formule de la moyenne arithmétique (German, page 54, 1994).

Tableau 4.7 : Comparaison du temps d'écoulement entre le PS-1000B, le ZnSt et EBS en fonction de la granulométrie de la poudre de base

Poudre*	Taille moyenne des particules (µm)	0,3% PS-1000B	0,75% ZnSt		0,75% EBS	
		écoulement (sec/50g)	écoulement (sec/50g)	Écart (sec/50g)	écoulement (sec/50g)	écart (sec/50g)
MP32	87	Nul	33,5	-	37,9	-
MP35	114	38,1	28,4	-9,7	31,3	-6,8
MP35sp2	122	35,1	28,6	-6,5	32,6	-2,5

\*Les résultats pour la MP32 et la MP35sp2 sont pour des mélanges réalisés dans un double cône pendant 30 minutes alors que ceux de la MP35 sont pour des mélanges réalisés dans le mélangeur à fluidisation mécanique pendant 2 +4 minutes. Ces mélanges sont comparables entre eux étant donné qu'il a été démontré précédemment qu'un temps de mélange de 4 minutes dans le mélangeur à fluidisation mécanique permettait d'obtenir les mêmes propriétés qu'un double cône.

Dans le tableau 4.7, il est normal d'obtenir des temps d'écoulement plus long dans le cas d'une poudre contenant une plus grande quantité de petites particules (voir chapitre 1). Ainsi, dans le cas du ZnSt et de l'EBS, le temps d'écoulement aurait dû être plus faible dans le cas de la poudre MP35sp2 que la poudre MP35. Cependant, les mélanges et les mesures dans le cas de la MP35 ont été réalisés l'hiver alors que ceux de la MP35sp2 l'ont été pendant la période estivale. Or, le taux d'humidité au moment de ces essais était très différent et il a pu influencer l'écoulement des mélanges avec la poudre MP35sp2. En effet, les mélanges de MP35sp2 pouvait renfermer un plus grand taux d'humidité ce qui aurait contribué à hausser le temps d'écoulement.

Le fait que les écarts entre les temps d'écoulement obtenus avec le PS-1000B et les lubrifiants conventionnels augmentent avec la finesse de la poudre peut être attribuable au caractère très collant du lubrifiant. Ainsi, cette caractéristique du PS-1000B combinée avec un nombre plus élevé de fines particules entraîne la formation de petits agglomérats

à l'intérieur du mélange rendant son écoulement plus difficile. Dans le cas des lubrifiants conventionnels, le type de poudre n'a pas influencé réellement l'écoulement, car les écarts pour les trois types de poudres entre le ZnSt et l'EBS sont demeurés d'environ 4 secondes. Ceci suggère que c'est la nature même du PS-1000B qui entraîne des variations importantes du temps d'écoulement (allant d'un écoulement acceptable à nul) en fonction de la granulométrie de la poudre utilisée. De plus, nous avons également pensé que les écarts plus importants pouvaient être associés à l'utilisation du mélangeur à fluidisation mécanique dans le cas de la poudre MP35. Ainsi, un mélange avec de la poudre MP35sp2 a été réalisé dans le mélangeur à fluidisation avec 0,3% PS-1000B et l'écoulement a été mesuré. Le résultat obtenu dans ce cas était de 35,3 sec/50g ce qui est pratiquement égale à la valeur obtenue avec le double cône (35,1 sec/50g). Ceci vient également appuyer l'hypothèse selon laquelle ce serait la nature du lubrifiant qui serait responsable des variations d'écoulement en fonction de la granulométrie des poudres.

#### **4.5.2 Mesure de la densité apparente**

Les mesures de densité apparente ont été comparées, tout comme pour l'écoulement, avec les résultats obtenus avec les lubrifiants conventionnels. La figure 4.9 illustre la différence entre chacun des lubrifiants.



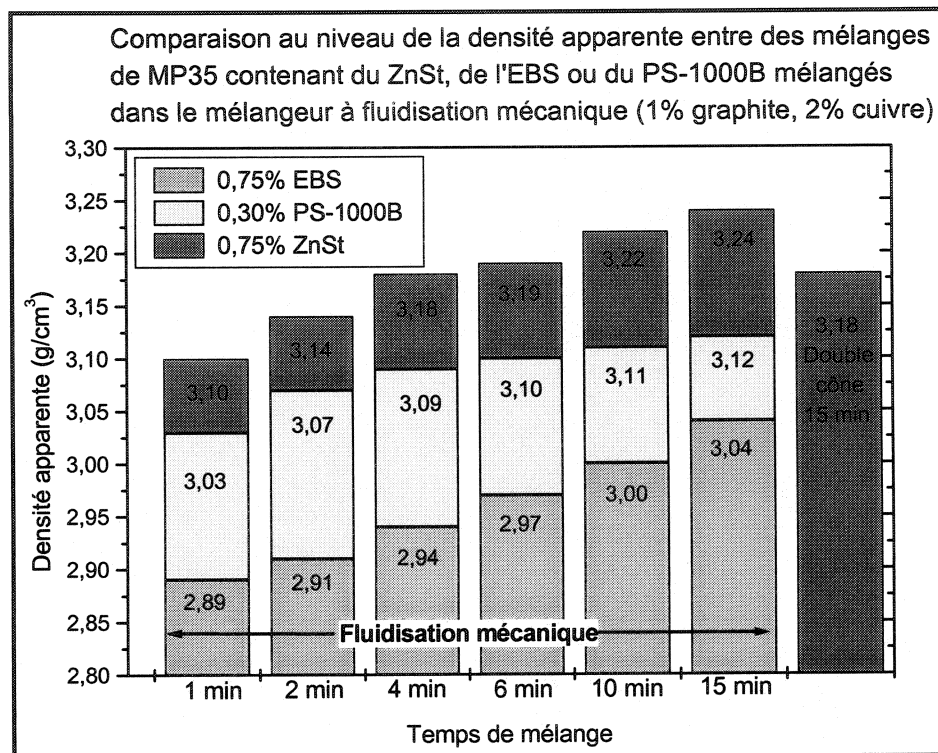


Figure 4.9 : Comparaison de la densité apparente pour le ZnSt, l'EBS et le PS-1000B

Comme il est observé sur la figure 4.9, le PS-1000B permet d'obtenir des densités apparentes se situant entre celles obtenues avec l'EBS et le ZnSt. Dans le cas du PS-1000B, c'est probablement l'utilisation d'une quantité moindre qui fait en sorte que la densité apparente obtenue avec ces mélanges est supérieure à celle des mélanges avec l'EBS, car une augmentation de la quantité de PS-1000B diminuerait l'écart entre les valeurs obtenues entre l'EBS et le PS-1000B comme il a été démontré avec les poudres MP32 et MP35sp2. Les écarts obtenus pour les trois lubrifiants dans les mêmes conditions de mélange avec la poudre MP35 correspondent sensiblement au même écart que ceux obtenus avec la MP32 et la MP35sp2. Par contre, l'utilisation du mélangeur à fluidisation mécanique permet de diminuer l'écart par rapport à un mélange standard,

c'est-à-dire un mélange contenant 0,75% de ZnSt et mélangé dans un mélangeur double cône. En effet, avec les poudres MP32 et MP35sp2 mélangés dans un double cône (voir tableau 4.3), l'écart au niveau de la densité apparente entre 0,3% PS-1000B et 0,75% ZnSt était de  $0,13 \text{ g/cm}^3$  alors qu'après 4 minutes de mélange dans le mélangeur à fluidisation l'écart commence à diminuer de sorte qu'après 15 minutes l'écart a été réduit de moitié (écart de  $0,06 \text{ g/cm}^3$ ). Tout comme les lubrifiants conventionnels, l'utilisation du mélangeur à fluidisation mécanique a permis d'améliorer en fonction du temps de mélange la densité apparente des mélanges réalisés avec le PS-1000B.

#### **4.5.3 Mesure de la compressibilité**

La figure 4.10 illustre les résultats de compressibilité obtenus avec les mélanges de MP35 contenant 0,3% de PS-1000B mélangé dans le mélangeur à fluidisation mécanique.

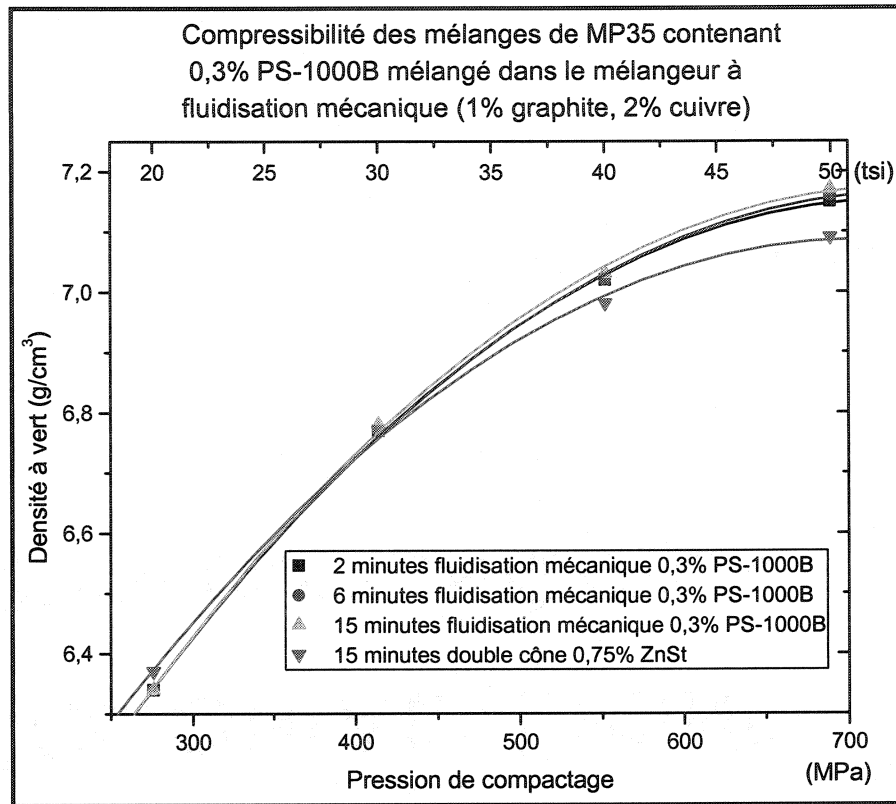


Figure 4.10 : Compressibilité des mélanges de MP35 contenant du PS-1000B mélangés dans le mélangeur à fluidisation mécanique

L'observation de la figure 4.10 montre que le lubrifiant PS-1000B se comporte au niveau de la compressibilité de la même façon que les lubrifiants conventionnels lorsqu'il est mélangé dans le mélangeur à fluidisation mécanique. En effet, l'augmentation du temps de mélange n'a pratiquement pas d'effet sur la compressibilité des mélanges ce qui se traduit par une quasi superposition des trois courbes concernant le PS-1000B sur la figure 4.10. De plus, il est remarqué que l'utilisation d'une quantité moindre de lubrifiant a un effet bénéfique sur la compressibilité pour des pressions de compaction excédant 414 MPa. Les gains au niveau de la compressibilité avec la poudre MP35 sont comparables à ceux obtenus avec la poudre MP32, mais inférieurs à ceux de la MP35sp2 (voir tableau

4.5). Ainsi, le lubrifiant PS-1000B, dû à son utilisation en quantité moindre, permet d'obtenir un gain d'au moins  $0,08 \text{ g/cm}^3$  pour une pression de compaction de 689 MPa ce qui est loin d'être négligeable.

#### 4.5.4 Mesure de la résistance à vert

La figure 4.11 illustre les résultats de résistance à vert obtenus avec les mélanges de MP35 contenant 0,3% PS-1000B mélangés à l'aide d'un mélangeur à fluidisation mécanique.

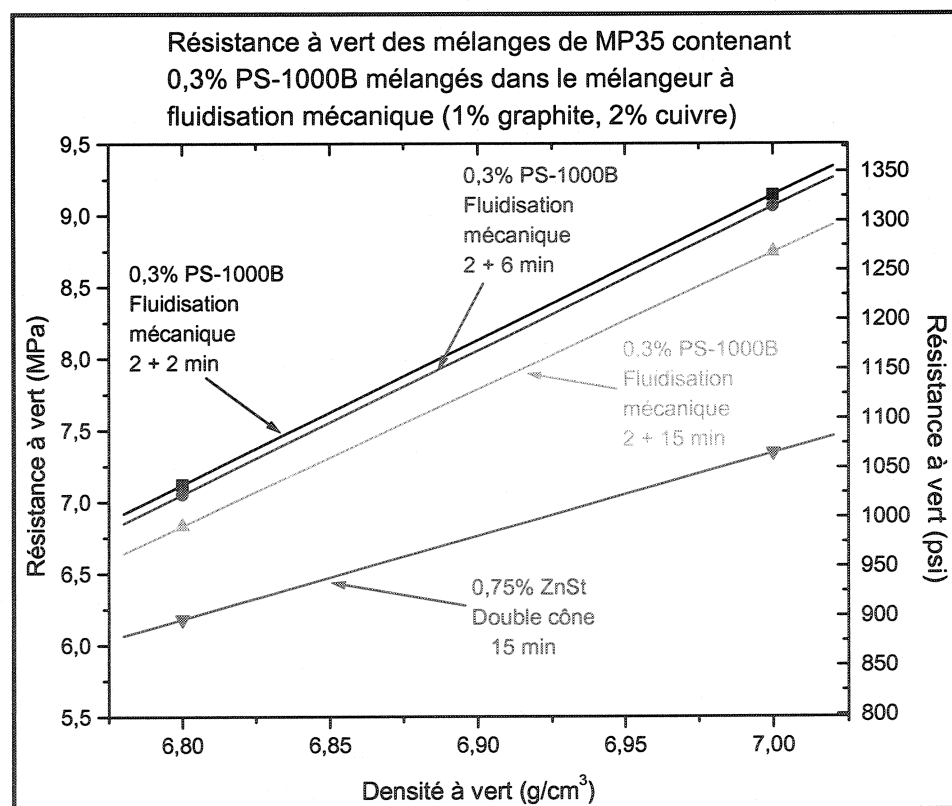


Figure 4.11 : Résistance à vert des mélanges de MP35 contenant PS-1000B mélangés dans le mélangeur à fluidisation mécanique

Il est observé sur la figure 4.11 que l'utilisation du mélangeur à fluidisation combiné à une quantité de 0,3% PS-1000B a permis d'obtenir des résistances à vert beaucoup plus élevées que le ZnSt mélangé dans le mélangeur double cône. En effet, un mélange de 2 minutes dans le mélangeur à fluidisation mécanique a permis d'obtenir une amélioration de la résistance à vert de l'ordre de 15% pour une densité de  $6,8 \text{ g/cm}^3$  (7,12 MPa pour le PS-1000B comparativement à 6,18 MPa pour le ZnSt) et de 25% pour une densité de  $7,0 \text{ g/cm}^3$  (9,14 MPa pour le PS-1000B comparativement à 7,34 pour le ZnSt). Il est à noter que l'explication concernant l'amélioration plus importante obtenue pour la densité plus élevée est la même que celle fournie à la section 3.2.4.

Comme il a été démontré jusqu'à présent, une quantité moindre de lubrifiant permet d'améliorer la résistance à vert, mais dans le cas présent le mélangeur à fluidisation a eu certes une influence importante sur ces résultats. En effet, en considérant les résultats présentés dans le tableau 4.3 pour la poudre MP32, il est remarqué que les mélanges avec 0,3% PS-1000B réalisés dans le mélangeur double cône avait permis d'obtenir des améliorations de 5% pour une densité de  $6,8 \text{ g/cm}^3$  et de 12% pour une densité de  $7,0 \text{ g/cm}^3$  alors qu'avec le mélangeur à fluidisation mécanique ces améliorations ont été deux fois plus importantes. La raison pouvant expliquer cet effet bénéfique du mélangeur à fluidisation mécanique est que les mélanges obtenus étaient beaucoup plus homogènes (sans agglomérats) avec ce mélangeur que le double cône. Par contre, une augmentation du temps de mélange entraîne toujours une diminution de la résistance à vert similaire à celle obtenue avec les lubrifiants conventionnels mélangés dans le mélangeur à

fluidisation mécanique (voir chapitre 3). Dans le cas du PS-1000B, une perte de 5% a été notée au niveau de la résistance à vert lorsque le temps de mélange dans le mélangeur à fluidisation mécanique passait de 2 à 15 minutes.

Dans cette section, il a été démontré que le mélangeur à fluidisation mécanique était plus approprié qu'un mélangeur double cône pour les mélanges contenant du PS-1000B. En effet, le mélangeur à fluidisation mécanique a permis d'enrayer la formation d'agglomérats contrairement à un mélangeur double cône procurant une meilleure homogénéité aux mélanges. De ce résultat, il a découlé une amélioration importante de la résistance à vert. De plus, l'action des socs du mélangeur à fluidisation mécanique sur la poudre de base a permis d'améliorer la densité apparente des mélanges contenant du PS-1000B se rapprochant ainsi de la densité apparente du mélange standard (double cône + 0,75% ZnSt) sans toutefois l'atteindre. Le seul point négatif avec le mélangeur à fluidisation mécanique est que ce dernier n'a pas permis d'améliorer l'écoulement relativement médiocre du PS-1000B.

#### **4.6 Comparaison entre le PS-1000B et le ZnSt**

Jusqu'à présent, le PS-1000B a été comparé avec le ZnSt, mais la quantité de ces deux lubrifiants à l'intérieur des mélanges était toujours différente (0,75% ZnSt vs 0,3% PS-1000B). Par conséquent, dans cette section, une comparaison entre une même quantité de ZnSt et de PS-1000B a été effectuée pour une poudre ayant subi le même traitement et possédant une granulométrie reconstruite identique. Pour ce faire, la poudre de base traitée dans la section 3.5.2 afin d'évaluer l'effet des couteaux à haute vitesse sur la morphologie a été utilisée. Ainsi, la granulométrie utilisée est celle présentée dans le tableau 3.6. Le tableau 4.8 présente les résultats obtenus. Il est à noter que les résultats en rouge représentent ceux obtenus avec 0,3% ZnSt alors que ceux avec 0,3% PS-1000B sont en bleu.

Tableau 4.8 : Comparaison entre le PS-1000B et le ZnSt pour une quantité de 0,3%

Mélange	Conditions de mélanges	Écoulement (sec/50g)		Densité apparente (g/cm <sup>3</sup> )		Compressibilité pour des pressions de 276, 414, 552 et 689 MPa (20, 30, 40 et 50 tsi)		Résistance à vert en MPa (psi)	
								à 6,8 g/cm <sup>3</sup>	à 7,0 g/cm <sup>3</sup>
MP35 1% graphite 2% cuivre 0,3% ZnSt ou 0,3% PS-1000B	15 min DC	29,0	37,8	3,17	3,05	6,27	6,27	9,45	11,92
						6,71	6,70	(1371)	(1729)
						6,98	6,95	9,93	12,51
						7,15	7,12	(1440)	(1815)
	4 min FM couteaux haute vitesse + 15 min DC	29,7	37,3	3,50	3,33	6,31	6,29	6,38	8,00
						6,75	6,73	(925)	(1161)
						7,00	6,98	7,30	8,81
						7,15	7,13	(1059)	(1278)
	8 min FM couteaux haute vitesse + 15 min DC	31,5	36,7	3,60	3,43	6,30	6,31	5,17	6,69
						6,77	6,75	(750)	(970)
						7,01	6,99	5,61	7,49
						7,16	7,15	(814)	(1087)
	12 min FM couteaux haute vitesse + 15 min DC	32,5	36,7	3,68	3,50	6,32	6,31	4,50	5,82
						6,78	6,76	(653)	(844)
						7,03	6,99	5,07	6,63
						7,16	7,15	(736)	(961)
	16 min FM couteaux haute vitesse + 15 min DC	33,3	36,4	3,73	3,53	6,32	6,33	3,83	5,44
						6,78	6,76	(555)	(789)
						7,03	7,00	4,36	6,12
						7,16	7,15	(633)	(887)

FM : mélangeur à fluidisation mécanique

DC : mélangeur double cône

Il apparaît clairement dans le tableau 4.8 que le ZnSt utilisé en quantité identique au PS-1000B (0,3%) et pour des mélanges réalisés dans les mêmes conditions donne des meilleurs résultats au niveau de l'écoulement et de la densité apparente. En effet, dans le cas de l'écoulement, il y a une différence d'au moins 5 secondes entre les deux lubrifiants



et dans le cas de la densité apparente l'écart est d'environ  $0,15\text{g/cm}^3$ . Par contre, au niveau de la compressibilité les résultats entre les deux lubrifiants sont assez similaires. La compressibilité est probablement une des propriétés les plus importantes, car elle a une incidence directe sur la densité des produits finis. Les propriétés comme l'écoulement et la densité apparente concernent surtout l'aspect productivité. Pour bien comparer le PS-1000B et le ZnSt, il faut nécessairement tenir compte du comportement lors de l'éjection de chacun des lubrifiants. Les figures 4.12 et 4.13 présentent les résultats au niveau de l'éjection pour des mélanges de MP35 contenant 0,3% de lubrifiant et mélangés dans un mélangeur à fluidisation mécanique pendant 4 minutes.

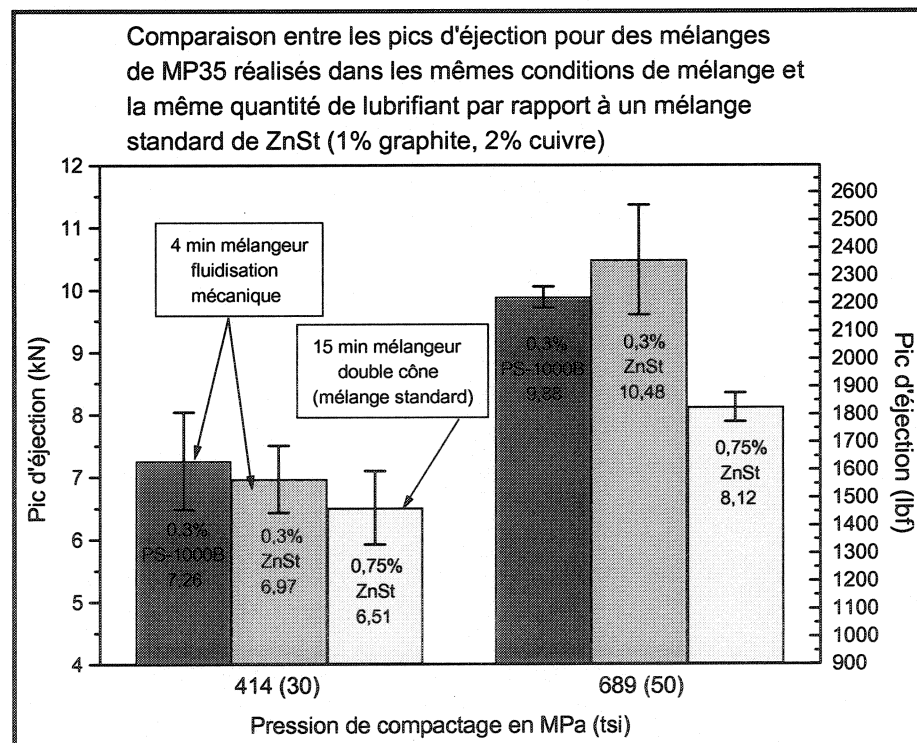


Figure 4.12 : Comparaison entre les pics d'éjection du PS-1000B et du ZnSt

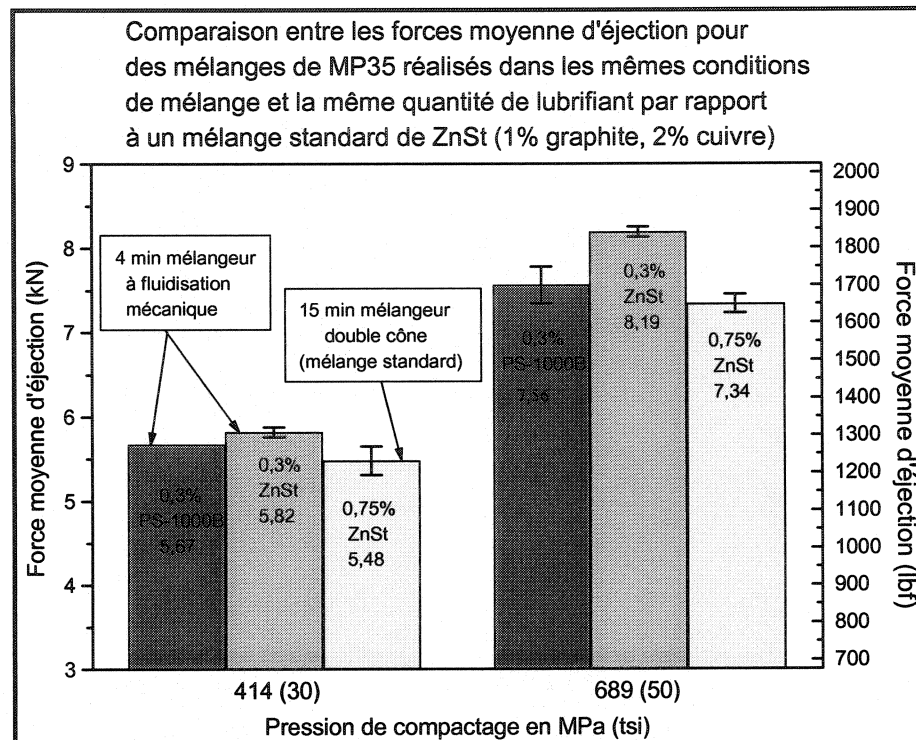


Figure 4.13 : Comparaison entre les forces moyennes d'éjection du PS-1000B et du ZnSt

Comme le montre la figure 4.12, une quantité de 0,3% de ZnSt et de PS-1000B mélangée dans un mélangeur à fluidisation mécanique donne des valeurs de pics d'éjection significativement plus élevées que 0,75% de ZnSt mélangé dans un mélangeur double cône lorsque la pression de compaction augmente. Il appert que le ZnSt et le PS-1000B lorsqu'ils sont employés en même quantité donnent des résultats de pics d'éjection similaires. De plus, leur pic d'éjection est environ 25% plus élevés que celui d'un mélange standard. Ceci est une cause directe de la réduction de la quantité de lubrifiant, car il faut une plus grande force pour réussir à mettre la pièce en mouvement, car il y a moins de lubrifiant à la surface des comprimés.

L'observation de la figure 4.13 permet de mieux comparer le PS-1000B et le ZnSt, car la valeur de la force moyenne d'éjection donne une meilleure indication du comportement du lubrifiant lors de l'éjection. Il est alors observé que les forces moyennes d'éjection entre les mélanges avec 0,3% de PS-1000B étaient plus faibles que celui avec 0,3% de ZnSt. En effet, pour une même quantité, le PS-1000B a permis d'obtenir une réduction de 10% de la force moyenne d'éjection par rapport au ZnSt. Cependant, le résultat le plus intéressant est que le mélange avec 0,3% de PS-1000B a donné des résultats statistiquement équivalents au mélange standard composé de 0,75% ZnSt réalisé à l'aide d'un mélangeur double cône. En effet, pour une pression de compaction de 689 MPa (50 tsi), une force moyenne de  $7,56 \pm 0,22$  kN a été obtenue pour 0,3% PS-1000B comparativement à  $7,34 \pm 0,11$  kN pour 0,75% ZnSt. De plus, le fini de surface des comprimés obtenus avec 0,3% de PS-1000B semblait comparable à celui des comprimés avec 0,75% de ZnSt. Ce résultat est important, car il signifie qu'il est possible d'utiliser une quantité de 0,3% du nouveau lubrifiant et d'obtenir des résultats comparables au niveau de l'éjection qu'à une quantité de 0,75% de ZnSt. Par conséquent, il sera possible d'obtenir des gains importants au niveau de la compressibilité, comme démontré précédemment, tout en ayant des forces d'éjection acceptables ce qui favorisera la production de produits aux propriétés améliorées et de densités supérieures.

Pour terminer cette comparaison entre les deux lubrifiants, il faut nécessairement regarder les résultats obtenus lors des mesures de la résistance à vert. Ainsi, il a déjà été démontré que le PS-1000B permettait d'obtenir une résistance à vers plus élevée par rapport au

ZnSt, mais la quantité de lubrifiant utilisée était différente. Par conséquent, dans le cas présent une même quantité de lubrifiant a été utilisée et il a pu être observé, dans le tableau 4.8, que le PS-1000B mélangé dans des conditions identiques (quantité, mélangeur et temps de mélange) au ZnSt permettait d'obtenir des résistances à vert supérieures au ZnSt. En effet, des augmentations variant entre 5 et 14% ont été enregistrées avec le PS-1000B. Ce résultat peut s'expliquer par le fait que le PS-1000B, un peu comme l'EBS, est un lubrifiant très collant comparativement au ZnSt ce qui fait qu'il crée des liens plus forts entre les particules et il agit un peu comme un liant temporaire. D'ailleurs, ceci est vérifié dans la section 4.8. De plus, il est à noter que les couteaux à haute vitesse entraînent une diminution de la résistance à vert et que le lubrifiant ne joue aucun rôle étant donné que des pertes similaires (environ 55% pour un mélange de 16 minutes avec les couteaux à haute vitesse par rapport à un mélange réalisés dans un mélangeur double cône) ont été obtenues pour le ZnSt et le PS-1000B.

En somme, lorsque utilisé selon une même quantité et dans les mêmes conditions que le ZnSt, le PS-1000B offre des résultats d'écoulement et de densité apparente inférieurs, une compressibilité comparable, mais des résistances à vert plus élevées et des forces d'éjection moindres.

#### ***4.7 Introduction d'un agent favorisant l'écoulement***

À la suite de certaines recherches, nous avons découvert que certains additifs peuvent être ajoutés en très faible quantité à un mélange de poudre afin d'améliorer son écoulement. Un de ces agents est appelé le cabosil. Ainsi, devant les résultats décevants du lubrifiant PS-1000B au niveau de l'écoulement des mélanges, nous pensé de combiner le cabosil au PS-1000B afin d'obtenir de meilleurs résultats. Le tableau 4.9 montre les résultats obtenus lorsqu'une quantité de 0,025% de cabosil a été ajoutée à un mélange contenant 0,3% de PS-1000B. Bien que le cabosil soit un agent favorisant l'écoulement, les autres propriétés ont également été évaluées afin de voir si ce dernier les influençait positivement ou négativement.

Tableau 4.9 : Résultats obtenus avec l'ajout d'un agent favorisant l'écoulement

Mélange	Conditions de mélange	Écoulement (sec/50g)	Densité apparente (g/cm <sup>3</sup> )	Densité à vert à 276, 414, 552 et 689 MPa (20 30, 40 et 50 tsi)	Résistance à vert en MPa (psi)	
					6,8 g/cm <sup>3</sup>	7,0 g/cm <sup>3</sup>
MP35 1% graphite 2% cuivre 0,3% PS-1000B	FM 2 +4 min	38,1	3,09	6,35 6,78 7,02 7,17	7,08 (1027)	9,10 (1320)
MP35 1% graphite 2% cuivre 0,3% PS-1000B <b>0,025% cabosil</b>	FM 2 +4 min	32,6	2,95	6,35 6,78 7,02 7,17	6,54 (948)	7,94 (1151)
MP35 1% graphite 2% cuivre 0,75% ZnSt (standard)	DC 15 min	27,9	3,18	6,37 6,77 6,98 7,09	6,18 (896)	7,34 (1064)

FM : Mélangeur à fluidisation mécanique

DC : Mélangeur double cône

Le tableau 4.9 montre que le cabosil améliore considérablement l'écoulement d'un mélange contenant du PS-1000B. En effet, une amélioration d'environ 5 secondes, soit 15%, a été obtenue avec un ajout minime de 0,025% de cabosil (38,1 sec/50g pour le mélange 0,3% PS-1000B par rapport à 32,6 sec/50g pour le mélange 0,3% PS-1000B + 0,025% cabosil). De plus, cette amélioration de l'écoulement avec l'emploi du cabosil a permis de réduire de moitié l'écart au niveau du temps d'écoulement du PS-1000B par rapport à un mélange standard de ZnSt.

L'utilisation du cabosil est très bénéfique au niveau de l'écoulement, mais il entraîne une dégradation de la densité apparente et de la résistance à vert. Au niveau de la densité apparente, le cabosil a entraîné une diminution importante de  $0,14 \text{ g/cm}^3$ . Cette diminution est attribuable au fait que le cabosil est un matériau de très faible densité, ce qui fait que même s'il est employé en faible quantité, il occupe un volume relativement grand et diminue ainsi la densité apparente du mélange. De plus, l'ajout du cabosil dans le mélange a donné des résistances à vert inférieures à celles obtenues pour le mélange avec uniquement du PS-1000B. Pour des densités de  $6,8$  et de  $7,0 \text{ g/cm}^3$ , des améliorations respectives de 15% et 24% avaient été obtenues avec un mélange de 0,3% PS-1000B comparativement à l'utilisation de 0,75% ZnSt. L'ajout du cabosil a diminué ces améliorations à 6% et à 8% signifiant que la résistance à vert obtenue dans de telles conditions demeure supérieure à celle obtenue avec du ZnSt. Ainsi, il est supposé que la présence du cabosil soit nuisible au niveau des contacts métal-métal ce qui favoriserait une diminution de la résistance à vert par rapport à un mélange de PS-1000B sans cabosil. Cependant, au niveau de la compressibilité, le cabosil ne semble pas avoir d'effet étant donné que des résultats identiques ont été obtenus pour le mélange contenant uniquement PS-1000B et celui auquel du cabosil a été ajouté.

Il a donc été démontré que l'ajout d'une très faible quantité de cabosil permettait une amélioration importante de l'écoulement des mélanges, mais que ceci entraînait une dégradation de certaines propriétés comme la densité apparente et la résistance à vert. Cependant, les résistances à vert obtenues pour le mélange contenant du cabosil, bien

qu'elles soient inférieures à celles d'un mélange contenant uniquement du PS-1000B, demeurent plus élevées que celles d'un mélange standard (0,75% ZnSt). Par conséquent, dépendant des propriétés recherchées, l'utilisation du cabosil peut s'avérer une excellente solution pour améliorer l'écoulement d'un mélange contenant du PS-1000B.

Le tableau 4.10 résume les résultats importants obtenus jusqu'à présent. Ainsi, nous croyons à la suite des divers essais réalisés, qu'il est possible d'utiliser une quantité de 0,55% de lubrifiant conventionnel à l'intérieur des mélanges de poudres en utilisant un mélangeur à fluidisation ce qui a pour effet d'entraîner une amélioration de l'ensemble des propriétés. Nous avons également montré qu'il est possible de réduire la quantité de lubrifiant à 0,3% lorsque le lubrifiant PS-1000B est utilisé ce qui a donné des gains importants au niveau de la compressibilité et de la résistance à vert tout en ayant des forces moyennes d'éjection acceptables. Finalement, l'ajout de cabosil permet d'améliorer l'écoulement des mélanges réalisés avec le PS-1000B.

Tableau 4.10: Résumé des résultats importants obtenus avec une réduction de lubrifiant

Propriétés	0,75% ZnSt (référence)	0,55% ZnSt	0,3% PS-1000B	0,3% PS-1000B + 0,025% cabosil
Écoulement (sec/50g)	27,9	27,3	38,1	32,6
Densité apparente (g/cm <sup>3</sup> )	3,18	3,22	3,09	2,95
Densité à vert à 689 MPa (50 tsi) en g/cm <sup>3</sup>	7,09	7,14	7,17	7,17
Résistance à vert en MPa (psi) à 7,0 g/cm <sup>3</sup>	7,34 (1064)	7,92 (1148)	9,10 (1320)	7,94 (1151)
Force moyenne d'éjection (kN)	7,34 ± 0,11	7,64 ± 0,11	7,56 ± 0,22	ND



#### ***4.8 Développement d'une nouvelle méthode de mélange afin d'être en mesure d'utiliser le PS-1000B avec un mélangeur double cône***

Comme il a été présenté précédemment dans la section 4.4, le PS-1000B lorsque mélangé avec un mélangeur double cône favorise la formation d'agglomérats. Or, l'utilisation d'un mélangeur à fluidisation mécanique a permis d'enrayer ce problème, mais ce n'est pas tous les fabricants de pièces qui possèdent un tel mélangeur. Ainsi, il a fallu développer une méthode qui permettait d'utiliser le PS-1000B avec des mélangeurs conventionnels comme le double cône. Par contre, il est à noter que le fabricant de poudres doit posséder un mélangeur à fluidisation mécanique afin de faire subir un traitement particulier à la poudre. En effet, cette méthode de mélange consiste à produire un mélange préliminaire constitué de la poudre de base et du PS-1000B dans un mélangeur à fluidisation mécanique. Le mélange est constitué de 90% poids de poudre de base et de 10% de lubrifiant et le tout est mélangé pendant 4 minutes. Ensuite, un tamisage avec un tamis de 60 mailles est effectué sur le mélange obtenu afin d'éliminer les agglomérats pouvant s'être formés. Une fois ce mélange produit, il faut procéder à l'élaboration du mélange dans le mélangeur double cône en ajoutant la poudre de base, le mélange préliminaire et les additifs. Il est à noter que la quantité de la poudre de base et du mélange préliminaire est ajustée de sorte que le mélange contienne la quantité désirée de lubrifiant. Ainsi, deux mélanges ayant des teneurs en lubrifiant différentes ont été élaborés avec cette nouvelle technique et les résultats sont présentés dans le tableau 4.11.

Tableau 4.11 : Résultats obtenus pour des mélanges réalisés à partir d'un mélange préliminaire

Mélange	Méthode de mélange	Écoulement (sec/50g)	Densité apparente (g/cm <sup>3</sup> )	Compressibilité à 276, 414, 552 et 689 MPa (20, 30, 40 et 50 tsi) en g/cm <sup>3</sup>	Résistance à vert en MPa (psi)	
					6,8 g/cm <sup>3</sup>	7,0 g/cm <sup>3</sup>
MP35 1% graphite 2% cuivre 0,3% PS-1000B	Mélange préliminaire + 15 min DC	35,7	3,21	6,32 6,76 7,02 7,15	7,12 (1032)	9,18 (1332)
MP35 1% graphite 2% cuivre 0,4% PS-1000B	Mélange préliminaire + 15 min DC	38,0	3,14	6,33 6,75 6,98 7,12	7,07 (1025)	8,74 (1268)
MP35 1% graphite 2% cuivre 0,3% PS-1000B	2 + 4 min FM	32,9	3,08	6,36 6,77 7,03 7,18	6,88 (998)	8,65 (1254)
MP35 1% graphite 2% cuivre 0,75% ZnSt (standard)	DC 15 min	27,9	3,18	6,37 6,77 6,98 7,09	6,18 (896)	7,34 (1064)

FM : Mélangeur à fluidisation mécanique

DC : Mélangeur double cône

Il est à noter que les deux mélanges obtenus à partir du mélange préliminaire et mélangé dans le mélangeur double cône ne présentaient pas d'agglomérats. Cependant, l'emploi de cette méthode a donné des temps d'écoulement plus élevés que lors de l'utilisation d'un mélangeur à fluidisation mécanique. En effet, pour une même quantité de lubrifiant, une différence de 3 secondes a été notée entre la méthode utilisant le mélange

préliminaire et l'utilisation d'un mélangeur à fluidisation mécanique. Au niveau de la densité apparente, la méthode du mélange préliminaire a permis d'obtenir des résultats plus élevés que l'emploi d'un mélangeur à fluidisation mécanique. Ceci peut être attribuable à l'effet du temps de mélange qui est beaucoup plus long avec la méthode du mélange préliminaire que l'utilisation unique d'un mélangeur à fluidisation mécanique. D'ailleurs, il a déjà été démontré précédemment que la densité apparente augmentait en fonction du temps de mélange. De plus, le mélange de 0,3% PS-1000B effectué selon cette méthode, a donné une densité apparente légèrement supérieure au mélange standard de ZnSt. Au niveau de la compressibilité, la méthode du mélange préliminaire donne des résultats similaires à un mélange réalisé dans le mélangeur à fluidisation mécanique à l'exception que pour une pression de compaction de 689 MPa (50 tsi), il y a une différence de  $0,03 \text{ g/cm}^3$  en défaveur de cette nouvelle méthode de mélange.

L'utilisation de cette nouvelle méthode de mélange a permis par contre d'obtenir des résistances à vert plus élevées. En effet, comme les mélanges sont effectués dans un mélangeur double cône, les particules ne subissent pas un arrondissement aussi important que dans le mélangeur à fluidisation et la résistance à vert est plus élevée. Avec le mélangeur à fluidisation mécanique pendant 4 minutes et 0,3% PS-1000B, des gains de 11% pour une densité de  $6,8 \text{ g/cm}^3$  et de 18% pour une densité de  $7,0 \text{ g/cm}^3$  ont été obtenus par rapport à un mélange standard (0,75% ZnSt et emploi d'un mélangeur double cône). Ces gains ont été augmentés à 15% et à 25% avec l'emploi de la méthode du mélange maître. Il est à noter que ces gains sont comparables à ceux présentés

précédemment pour des temps de mélange de 2 minutes dans le mélangeur à fluidisation mécanique.

Finalement, les forces moyennes d'éjection pour le mélange avec 0,3% PS-1000B utilisant la méthode du mélange préliminaire ont été mesurées et comparées avec celles obtenues précédemment. Les résultats sont présentés à la figure 4.14.

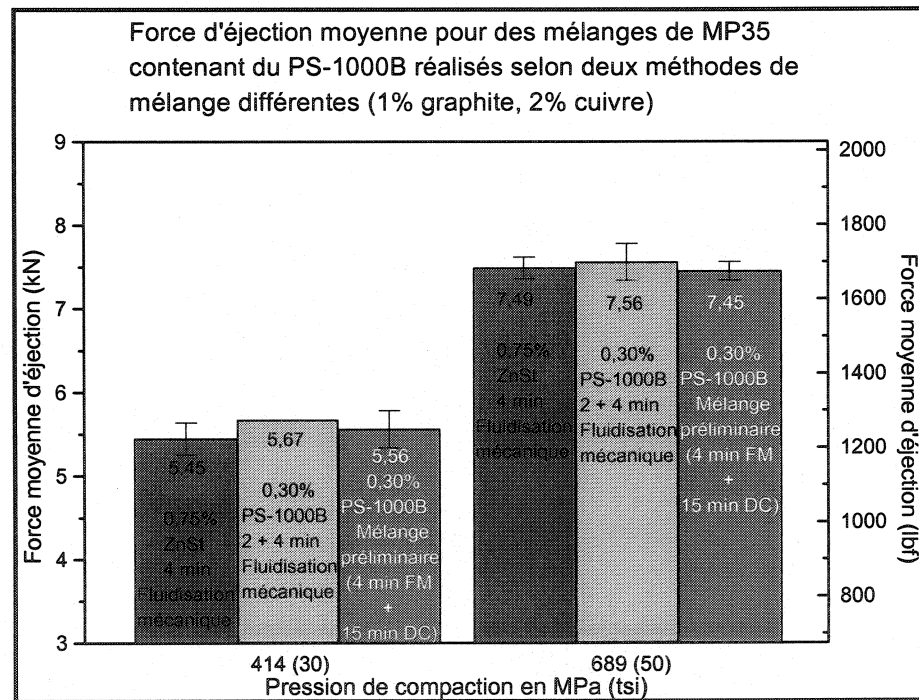


Figure 4.14 : Comparaison des forces moyennes d'éjection pour des mélanges contenant 0,3% PS-1000B mélangé dans un mélangeur à fluidisation mécanique ou selon la méthode du mélange préliminaire

Les résultats de la figure 4.14 montrent qu'il n'y a pratiquement pas de différence au niveau des forces moyennes d'éjection entre l'utilisation d'un mélangeur à fluidisation mécanique et la méthode du mélange préliminaire. En effet, bien que les valeurs

moyennes soient quelque peu inférieures dans le cas du mélange préliminaire, il n'y a pas de différence entre les résultats d'un point de vue statistique. De plus, il en est de même lorsque les résultats obtenus avec le PS-1000B sont comparés avec ceux du ZnSt (4 minutes fluidisation mécanique).

Le seul problème avec cette méthode est que lors de l'élaboration du mélange préliminaire dans le mélangeur à fluidisation mécanique, les parois de ce dernier s'enduisent de lubrifiant qu'il faille décoller après. Les parois et les socs se retrouvent en fait avec un revêtement qu'il faut absolument enlever afin d'éviter une contamination lors de l'élaboration de mélanges subséquents. Il est à noter que pour un petit mélangeur le nettoyage n'était pas très fastidieux, mais cette étape pourrait s'avérer beaucoup plus pénible dans le cas d'un mélangeur de plus grosse capacité étant donné qu'il faille gratter complètement l'intérieur du mélangeur pour décoller les parois enduites de poudre et de lubrifiant.

#### **4.9 Combinaison de différents paramètres de mélange et emploi du PS-1000B comme liant temporaire**

Jusqu'à présent, différents paramètres et conditions de mélange ont été expérimentés individuellement. Or, dans la présente section, les mélanges ont été réalisés en combinant différents paramètres afin de tenter d'obtenir des conditions optimales de mélange. Il est à noter que le choix des paramètres découlent de la compréhension de certains phénomènes mentionnés dans la revue de la littérature et des résultats obtenus précédemment. Malheureusement, pour des raisons de confidentialité, il est impossible de spécifier les paramètres de mélange ayant mené aux résultats présentés dans le tableau 4.12. Ainsi, les divers mélanges ont été réalisés en employant des paramètres de mélange très précis (mélangeur, temps de mélange, vitesse de rotation des socs, utilisation ou non des couteaux à haute vitesse) et ils seront identifiés P1, P2, P3 et P4. De plus, le caractère très collant du PS-1000B a permis d'envisager la possibilité d'employer le PS-1000B comme liant temporaire. Par conséquent, le test d'émission de poussières décrit au chapitre 2 a été réalisé sur chacun des mélanges et le pourcentage de perte en carbone se retrouve dans le tableau 4.12.

Tableau 4.12 : Résultats obtenus lors de la combinaison de différents paramètres de mélange

Mélange	Para- mètre de mélange	Écou- lement en sec/50g	Densité appa- rente en g/cm <sup>3</sup>	Compressibilité à 276, 414, 552 et 689 MPa (20, 30, 40 et 50 tsi) en g/cm <sup>3</sup>	Résistance à vert en MPa (psi)		Test d'émission poussières % perte en carbone
					6,8 g/cm <sup>3</sup>	7,0 g/cm <sup>3</sup>	
MP35 1% graphite 2% cuivre 0,75% ZnSt	FM 4 min (réf.)	29,7	3,19	6,37 6,77 6,97 7,09	6,18 (897)	7,36 (1068)	58,5%
MP35 1% graphite 2% cuivre 0,3% PS- 1000B	FM 2 + 4 min (réf.)	32,9	3,08	6,36 6,77 7,03 7,18	6,88 (998)	8,65 (1254)	50,6%
MP35 1% graphite 2% cuivre 0,3% PS- 1000B	P1	30,6	3,24	6,34 6,78 7,04 7,19	6,82 (989)	8,22 (1192)	37,2%
MP35 1% graphite 2% cuivre 0,3% PS- 1000B	P2	28,4	3,27	6,35 6,79 7,04 7,19	7,40 (1074)	9,50 (1378)	15,9%
MP35 1% graphite 2% cuivre 0,3% PS- 1000B	P3	27,5	3,29	6,35 6,79 7,05 7,19	7,12 (1032)	8,94 (1296)	24,8%
MP35 1% graphite 2% cuivre 0,4% PS- 1000B	P3**	29,3	3,28	6,33 6,78 7,03 7,16	6,78 (984)	8,46 (1227)	7,9%
MP35 1% graphite 2% cuivre 0,4% PS- 1000B	P4	27,9	3,30	6,35 6,78 7,03 7,16	7,28 (1058)	8,50 (1233)	4,7%

\* FM : Mélangeur à fluidisation mécanique

\*\* Il est à noter que les deux mélanges identifiés P3 ont été réalisés selon les mêmes paramètres de mélange. La seule différence entre ces deux mélanges est la quantité de PS-1000B employée.

#### 4.9.1 Mesure d'écoulement pour des mélanges contenant du PS-1000B et réalisés dans diverses conditions

La figure 4.15 illustre les résultats obtenus lors de la mesure de l'écoulement des mélanges contenant du PS-1000B réalisés dans différentes conditions de mélange.

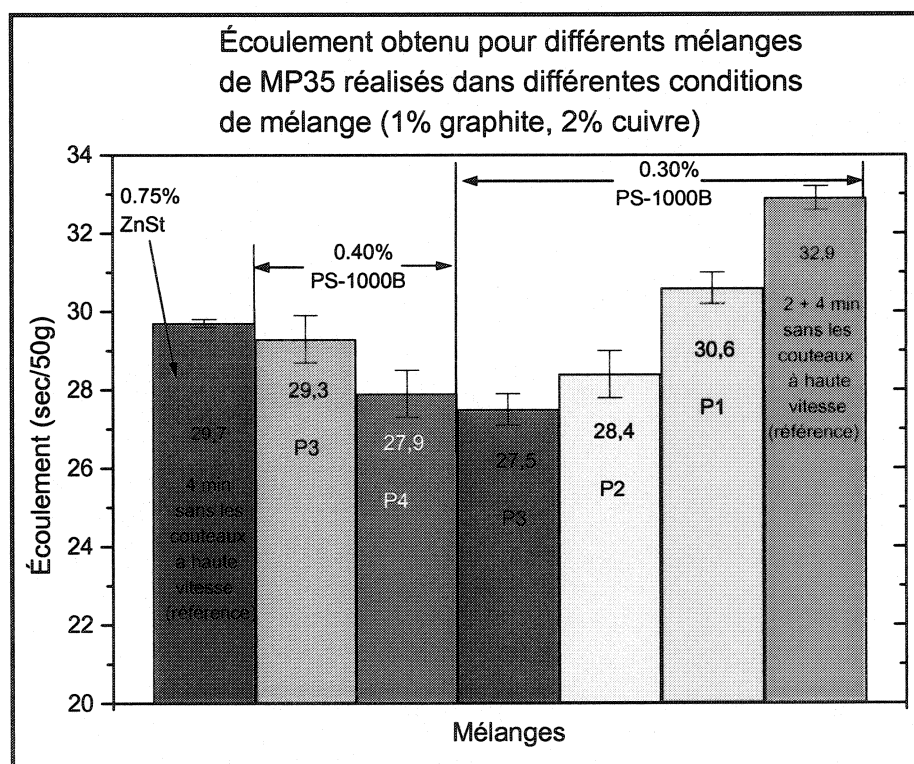


Figure 4.15 : Écoulement des mélanges réalisés avec du PS-1000B dans différentes conditions

Sur la figure 4.15, il est possible d'observer l'effet bénéfique que la combinaison de certains paramètres de mélanges a eu au niveau de l'écoulement. Jusqu'à présent, il avait été démontré qu'il y avait une différence significative entre l'écoulement des mélanges contenant 0,75% ZnSt et ceux avec 0,3% PS-1000B. Cependant, lors de ces essais, il a été possible, en faisant varier certains paramètres, d'améliorer constamment l'écoulement



des mélanges contenant 0,3% PS-1000B à un point tel qu'un meilleur écoulement que celui du ZnSt a pu être obtenu. En effet, dans les conditions de mélange P2, un écoulement de 28,4 sec/50g a été obtenu avec 0,3% PS-1000B comparativement à 29,7 sec/50g pour une quantité de ZnSt de 0,75%. Ce qui est encore plus intéressant c'est que pour le mélange P3, l'écoulement passe de 28,4 à 27,5 sec/50g. Avec ces résultats, il a également été possible encore une fois de montrer l'effet d'une augmentation de la quantité de lubrifiant. Une augmentation minimale de 0,1% a fait en sorte que l'écoulement pour les mélanges réalisés dans les conditions P3 a augmenté de 2 sec/50g (27,5 sec/50g pour 0,3% PS-1000B vs 29,3 sec/50g pour 0,4% PS-1000B).

#### **4.9.2 Mesure de la densité apparente pour des mélanges contenant du PS-1000B et réalisés dans diverses conditions**

La figure 4.16 montre les résultats de densité apparente obtenus avec le lubrifiant PS-1000B mélangé dans différentes conditions de mélange.

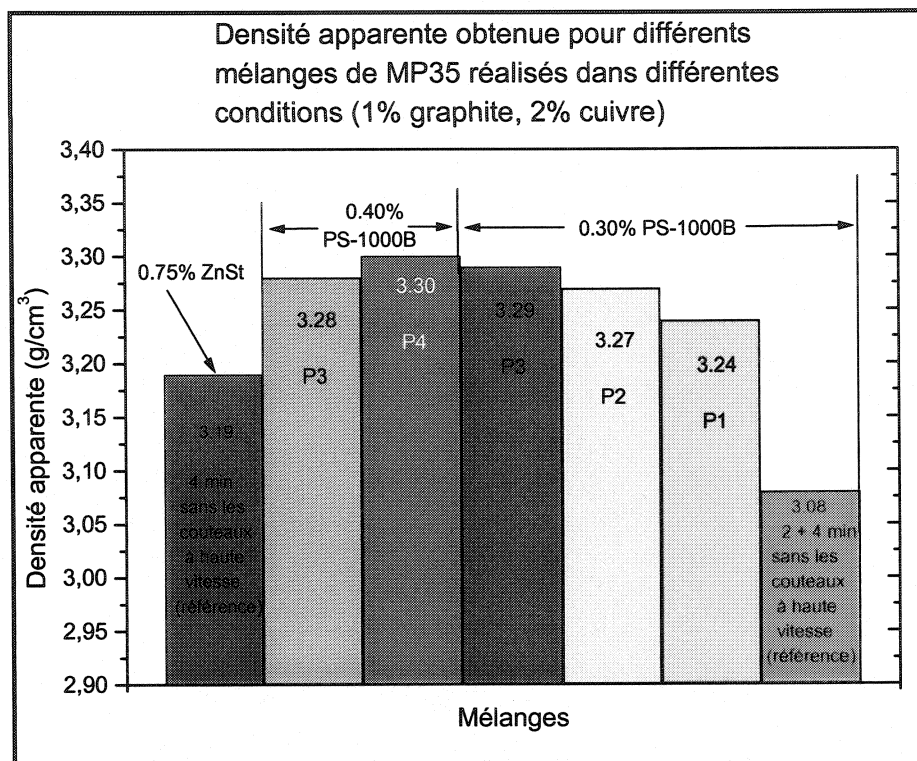


Figure 4.16 : Densité apparente des mélanges réalisés avec du PS-1000B dans différentes conditions

Au niveau de la densité apparente, les résultats obtenus avec 0,3% PS-1000B et 0,75% ZnSt (mélanges de référence) sont très similaires à ceux obtenus à la figure 4.9. Ceci montre que les résultats sont reproductibles étant donné que ces différents mélanges proviennent du même lot de poudre de base (même composition chimique et même granulométrie). La combinaison de certains paramètres de mélange améliore également la densité apparente des mélanges. En effet, l'emploi de la combinaison de paramètres P1 avec 0,3% PS-1000B a permis d'obtenir une amélioration de la densité apparente de 0,16 g/cm<sup>3</sup> par rapport au mélange de référence avec du PS-1000 (3,24 g/cm<sup>3</sup> pour P1 comparativement à 3,08 g/cm<sup>3</sup> pour la référence de PS-1000B). Il a été possible d'augmenter la densité apparente jusqu'à 3,29 g/cm<sup>3</sup> avec 0,3% PS-1000B et ce lorsque

les conditions de mélange P3 étaient utilisées. Ceci représente une amélioration de 0,1 g/cm<sup>3</sup> par rapport au mélange standard contenant 0,75% ZnSt. Ce résultat est important, car auparavant jamais il n'avait été possible d'obtenir avec le PS-1000B une densité apparente supérieure à celle obtenue avec le ZnSt et ce même si la quantité de PS-1000B utilisée était inférieure comparativement au ZnSt.

#### **4.9.3 Mesure de la compressibilité pour des mélanges contenant du PS-1000B et réalisés dans diverses conditions**

La figure 4.17 montre les résultats des mesures de compressibilité effectuées sur les mélanges contenant le lubrifiant PS-1000B réalisés dans différentes conditions de mélange.

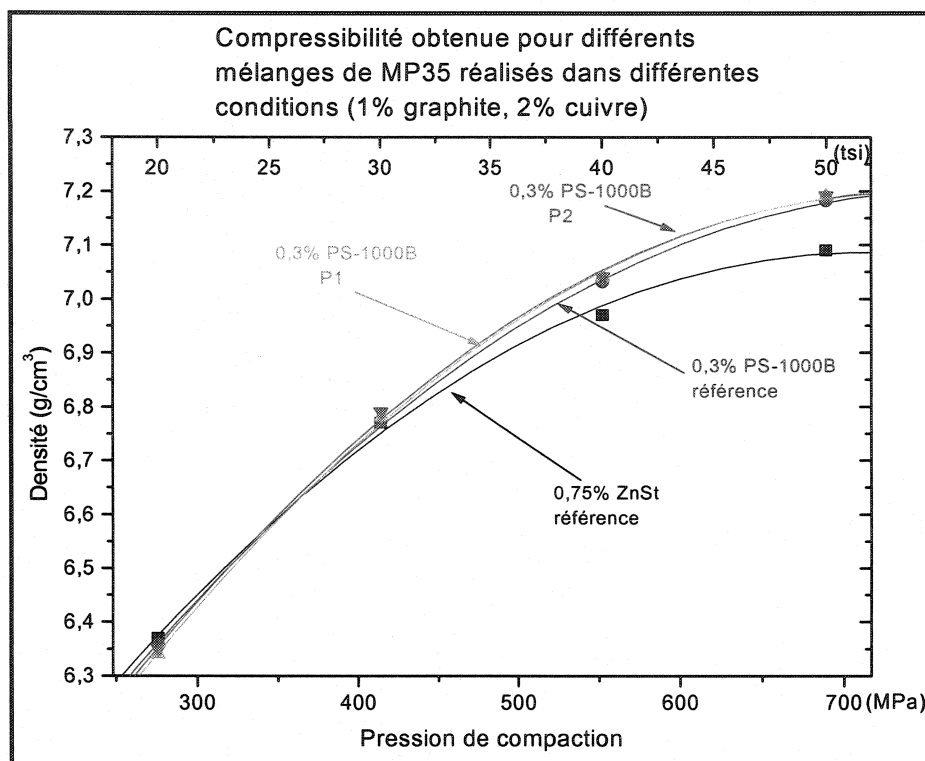


Figure 4.17 : Compressibilité des mélanges réalisés avec du PS-1000B dans différentes conditions

La figure 4.17 montre que la combinaison de divers paramètres de mélange, tout comme l'étude individuelle des paramètres, n'a pas démontré une réelle influence au niveau de la compressibilité. En effet, il est observé que les courbes de compressibilité obtenues pour le mélange de référence du PS-1000B et pour les conditions de mélange P1 et P2 se superposent pratiquement. Cependant, les résultats obtenus au niveau de la compressibilité lors de cette série d'essais concordent avec ceux déjà présentés étant donné qu'un gain d'environ  $0,1 \text{ g/cm}^3$  à une pression de compaction de 689 MPa (50 tsi) a été obtenu avec 0,3% PS-1000B par rapport à 0,75% ZnSt. De plus, les valeurs obtenues sont sensiblement les mêmes que celles présentées précédemment pour de la poudre MP35.

#### 4.9.4 Mesure de la résistance à vert des mélanges contenant du PS-1000B et réalisés dans diverses conditions

La figure 4.18 représente les résultats de résistance à vert obtenus à partir des mélanges de MP35 réalisés dans le mélangeur à fluidisation mécanique dans diverses conditions.

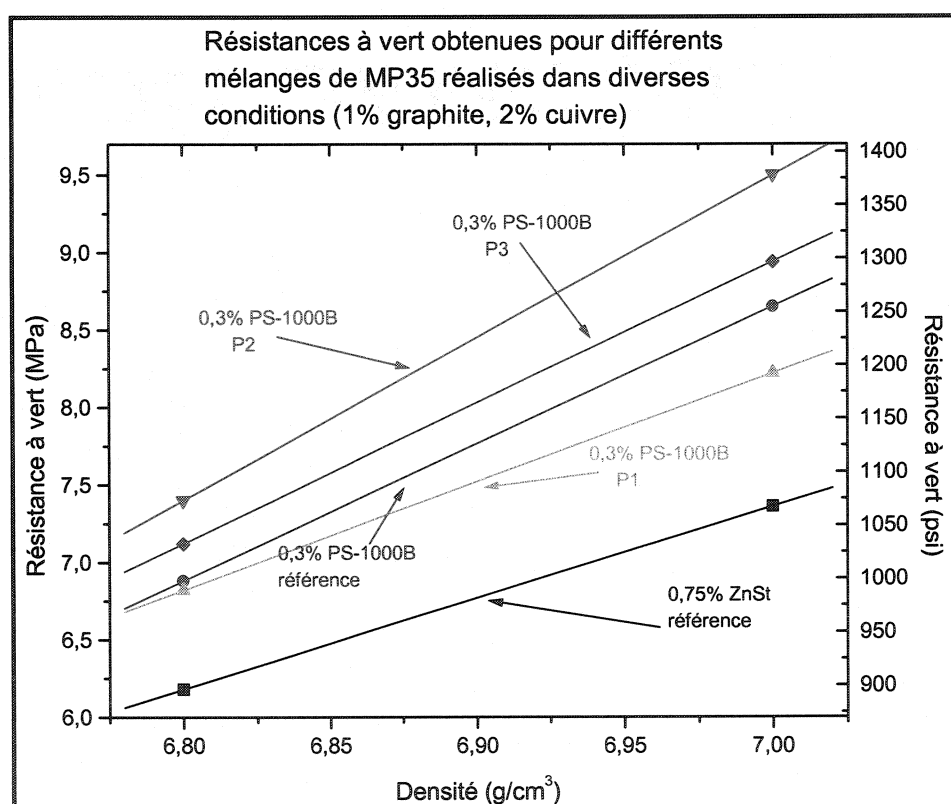


Figure 4.18 : Résistance à vert des mélanges réalisés avec du PS-1000B dans différentes conditions

À l'aide de la figure 4.18, il est observé que la résistance à vert avec le PS-1000B peut être améliorée avec l'utilisation de paramètres de mélange bien précis. En effet, en comparant les résultats obtenus avec les paramètres P2 (ligne bleue) avec ceux de la référence pour le PS-1000B, il a été possible d'observer une amélioration d'environ 8%

au niveau de la résistance à vert (à  $6,80 \text{ g/cm}^3$ , la résistance à vert pour P2 était de 7,40 MPa (1074) comparativement à 6,88MPa (998 psi) pour la référence). De plus, le mélange réalisé selon les conditions P2 a permis d'obtenir une amélioration de la résistance à vert de 20% lorsque la densité était de  $6,8 \text{ g/cm}^3$  et de 30% pour une densité de  $7,0 \text{ g/cm}^3$  par rapport à un mélange standard de ZnSt réalisé dans le mélangeur à fluidisation mécanique. Ces résultats de résistance à vert sont les meilleurs qu'il a été possible d'obtenir jusqu'à présent. À l'opposé, il est observé que l'utilisation d'une mauvaise combinaison de paramètres peut conduire à une détérioration de la résistance à vert comme ce fut le cas pour les conditions de mélange P1 (courbe verte).

#### **4.9.5 Mesure de la résistance à l'émission de poussières pour des mélanges contenant du PS-1000B et réalisés dans diverses conditions**

Les résultats d'écoulement et de résistances à vert laissent croire que le PS-1000B agit comme un liant temporaire dans certaines conditions de mélange bien précises. En effet, les résultats d'écoulement conduisent à l'hypothèse selon laquelle certains paramètres de mélange favoriseraient une diminution de la viscosité du lubrifiant lui permettant ainsi de s'enrober à la surface des particules et d'agir ainsi comme un liant temporaire. De plus, l'augmentation de la résistance à vert vient appuyer cette hypothèse étant donné que les liants permettent généralement une amélioration de la résistance à vert. D'ailleurs, c'est à la suite de ces deux résultats qu'il a été décidé de mesurer l'émission de poussières des différents mélanges réalisés afin de vérifier si effectivement le PS-1000B agit comme un liant temporaire dans certaines conditions de mélange. La figure 4.19 illustre les résultats

obtenus lors des tests d'émission de poussières réalisés sur les mélanges contenant 0,3% et 0,4% PS-1000B.

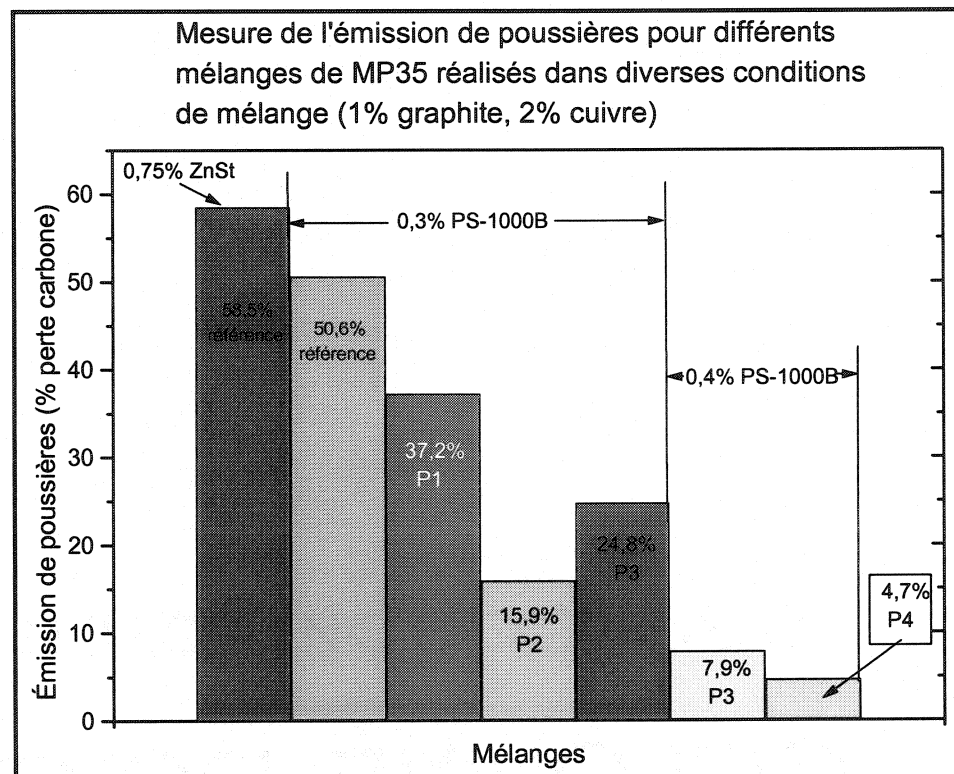


Figure 4.19 : Mesure de l'émission de poussières des mélanges réalisés avec le PS-1000B dans différentes conditions

La figure 4.19 montre clairement qu'il est possible de diminuer énormément l'émission de poussières lorsque des conditions particulières de mélange sont utilisées. En effet, avec une quantité de 0,3% PS-1000B, il a été possible de réduire la perte en carbone à 15,9% comparativement à 58,5% pour un mélange standard contenant du ZnSt. De plus, une légère augmentation de la quantité de lubrifiant (0,1%) a permis de réduire les pertes en carbone à 4,7%. Ces résultats sont très importants, car ceci signifie que le PS-1000B mélangé dans des conditions particulières agit à la fois comme lubrifiant et comme liant

temporaire réduisant ainsi l'émission de poussières et fort probablement aussi la ségrégation étant donné que la cause majeure de ces deux phénomènes concernent les petites particules. Ainsi, une réduction de l'émission de poussières laisse croire que les petites particules sont liées aux plus grosses et ainsi nous pensons que la ségrégation dans les mélanges pourra être diminuée.

Avec ces résultats, il est également possible d'observer le caractère plus collant du PS-1000B décrit précédemment par rapport au ZnSt étant donné qu'une plus faible quantité de PS-1000B mélangé dans les mêmes conditions a offert une meilleure résistance à l'émission de poussières. En effet, le mélange contenant 0,75% ZnSt a eu une perte en carbone de 58,5% alors que celle-ci était de 50,6% pour une quantité de 0,3% PS-1000B.

#### **4.9.6 Mesure des forces d'éjection pour des mélanges contenant du PS-1000B et réalisés dans diverses conditions**

Au niveau des forces d'éjection, uniquement les résultats de force d'éjection moyenne sont présentés étant donné que ce sont ces valeurs qui donnent une meilleure idée du comportement du lubrifiant lors de l'éjection. De plus, les résultats obtenus au niveau des pics d'éjection variaient beaucoup et il était impossible d'arriver à des conclusions valables à partir de ces derniers. La figure 4.20 présente les résultats des forces moyennes d'éjection obtenues.



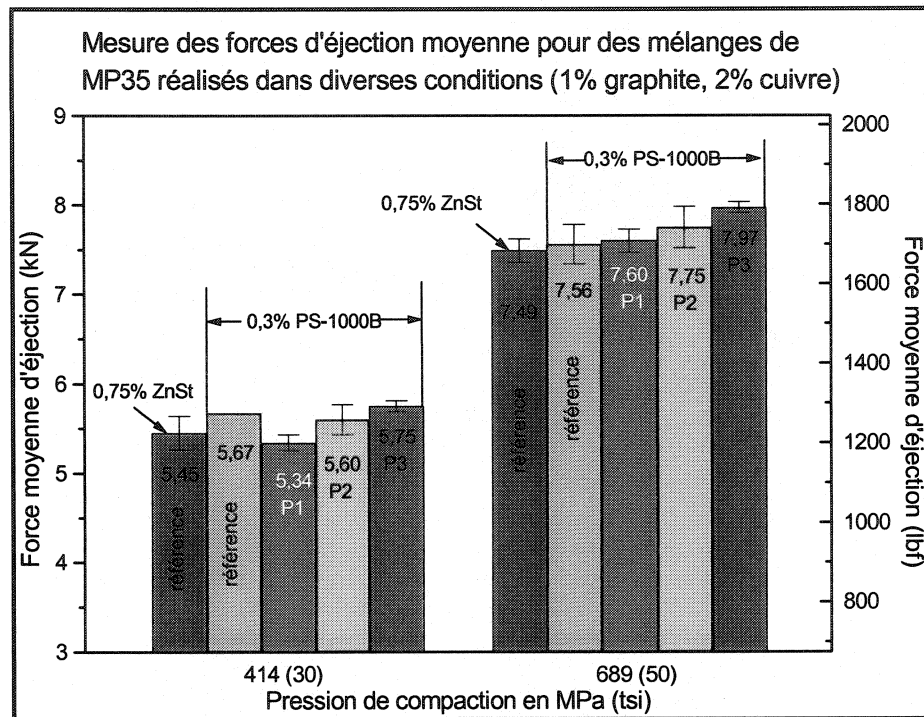


Figure 4.20 : Mesure de la force moyenne d'éjection des mélanges réalisés avec le PS-1000B dans différentes conditions

La figure 4.20 montre encore une fois qu'une quantité de 0,3% de PS-1000B donne des forces moyennes d'éjection similaires à celles obtenues avec 0,75% ZnSt. De plus, il est observé, que la combinaison de certains paramètres de mélange favorise l'obtention de meilleurs résultats au niveau des forces moyennes d'éjection. Par exemple, pour une pression de compaction de 689 MPa, des différences notables ont été observées au niveau de la force moyenne d'éjection en fonction des paramètres utilisés (7,56 kN pour mélange de référence, 7,60 kN pour P1 et 7,75 kN pour P2). Ceci s'explique peut-être par le fait que le PS-1000B dans certaines conditions de mélange s'enrobe autour des particules agissant ainsi comme un liant (tel qu'il a été démontré précédemment). De cette manière,

il reste moins de lubrifiant libre pouvant migrer vers les parois de la matrice ce qui contribuerait à augmenter la force moyenne d'éjection.

Dans cette section, il a donc été possible d'observer que l'utilisation de conditions de mélange bien particulières pouvait être bénéfique sur l'ensemble des propriétés et que le PS-1000B pouvait agir comme un liant temporaire. En effet, il a été possible d'obtenir un écoulement et une densité apparente supérieurs avec 0,3% PS-1000B comparativement à 0,75% ZnSt (amélioration de 1,5 sec/50g pour l'écoulement et de 0,2 g/cm<sup>3</sup> au niveau de la densité apparente). Ces résultats sont très importants étant donné que c'est la première fois que le PS-1000B offre des meilleurs résultats que le ZnSt pour ces deux propriétés. La compressibilité pour sa part n'a pas été influencée par les divers paramètres de mélange utilisés, ainsi le gain habituel de 0,1 g/cm<sup>3</sup> a été obtenu pour une pression de compaction de 689 MPa dans le cas d'un mélange de MP35 contenant 0,3% PS-1000B par rapport au même mélange avec 0,75% ZnSt. La résistance à vert avec le PS-1000B a, quant à elle, pu être améliorée de 5% en effectuant le mélange selon les paramètres P2 donnant des gains de 20% pour une densité de 6,8 g/cm<sup>3</sup> et de 30% pour une densité de 7,0 g/cm<sup>3</sup> par rapport à un mélange standard de ZnSt. La combinaison de certains paramètres de mélange a également permis d'aboutir à un résultat très important, c'est-à-dire que dans certaines conditions le PS-1000B agit comme un liant temporaire. Ceci a permis de réduire les pertes en carbone à 15,7% comparativement à 58,5% avec le ZnSt. De plus, il a été possible d'obtenir des pertes en carbone aussi faibles que 4,7% dans certaines conditions de mélange. Finalement, il a été démontré que les conditions de

mélange permettant l'optimisation de certaines propriétés n'entraînaient qu'une faible augmentation de la force moyenne d'éjection d'environ 0,4 kN pour les conditions P2 lorsque la pression de compaction était de 689 MPa.

#### ***4.10 Comportement du PS-1000B lors du frittage***

Tout d'abord en ce qui concerne le frittage, il y a deux choses très importantes à connaître : si le lubrifiant se consomme totalement et à quelle température il est brûlé complètement. Pour vérifier ces deux points, une analyse thermogravimétrique (ATG) a été réalisée dans une atmosphère d'azote pour comparer les valeurs obtenues avec celles de l'EBS et du ZnSt présentées dans la revue de la littérature du chapitre 1. L'analyse thermogravimétrique du PS1000B se retrouve à la figure 4.21.

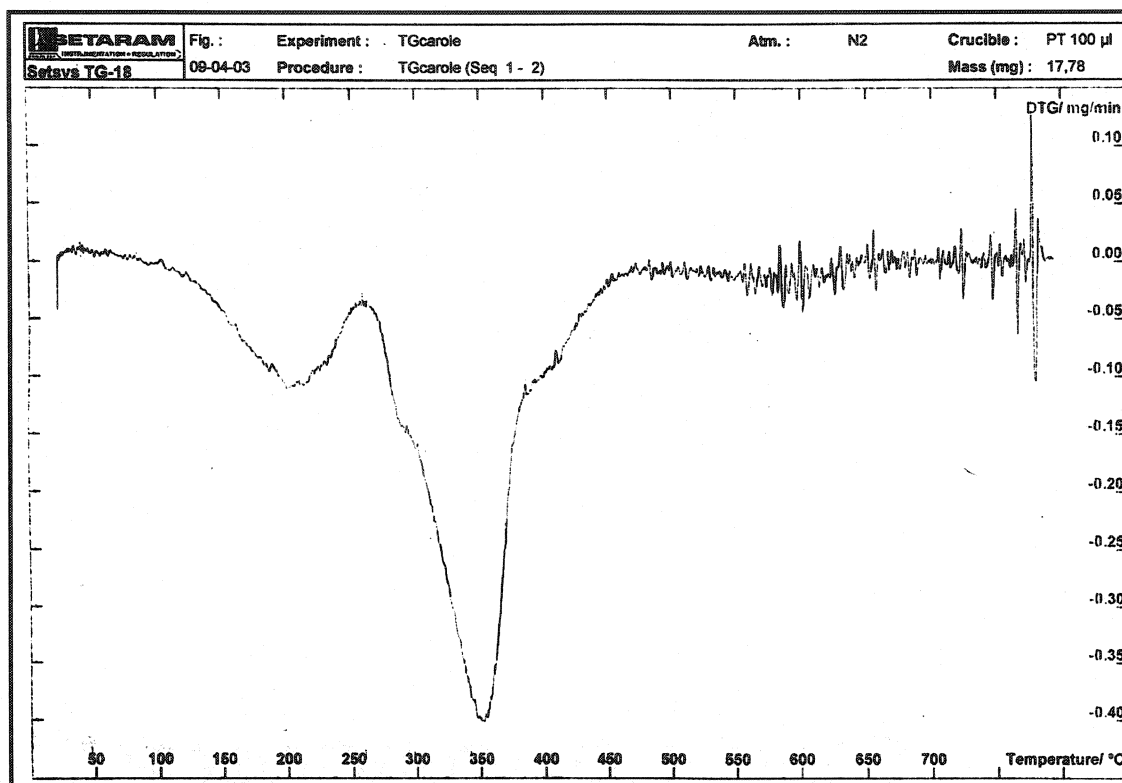


Figure 4.21 : Analyse thermogravimétrique effectuée sur le lubrifiant PS-1000B

Sur la figure 4.21, il est observé que le lubrifiant commence à se consommer à une température d'environ 120-130°C ce qui correspond au point de fusion du lubrifiant tel qu'il a été démontré lors de l'analyse calorimétrique différentielle à balayage. Le lubrifiant se consomme lentement jusqu'à une température de 200°C. À 200°C, une augmentation de masse a été enregistrée, cette dernière peut être associée à une oxydation. Par la suite, le lubrifiant à une température d'environ 260°C commence à se brûler rapidement et ce jusqu'à une température d'environ 450°C. À partir de cette température, il ne se passe plus rien étant donné que le taux de consommation demeure à zéro. Le lubrifiant a totalement été consommé étant donné qu'il ne restait plus rien dans

le creuset à la fin de l'essai. Ce résultat est très important, car de cette façon il ne reste pas de lubrifiant à l'intérieur de la pièce une fois qu'elle a été frittée.

L'ensemble des résultats présentés pour le PS-1000B touchait plus précisément les propriétés du mélange ainsi que les propriétés à vert. Cependant, il a été jugé bon de présenter des résultats obtenus dans le cas de comprimés frittés. Le frittage de ces pièces a eu lieu dans le four de laboratoire de Domfer à une température de 1120°C (2050°F) sous une atmosphère d'ammoniac dissocié. Il est à noter que le temps de frittage est de 30 minutes tout comme le temps de refroidissement. Le tableau 4.13 montre les résultats obtenus sur des pièces frittées pour des mélanges avec du ZnSt et du PS-1000B.

Tableau 4.13 : Mesure de la résistance après frittage obtenue avec le ZnSt et le PS-1000B

Mélange	Conditions de mélange	Résistance après frittage en MPa (psi) pour une densité de 6,8 g/cm <sup>3</sup>	Résistance après frittage en MPa (psi) pour une densité de 7,0 g/cm <sup>3</sup>
MP35 1% graphite 2% cuivre 0,75% ZnSt	Mélangeur à fluidisation mécanique 4 minutes	789,7 (114540)	898,5 (130315)
MP35 1% graphite 2% cuivre 0,3% PS-1000B	Mélangeur à fluidisation mécanique 2 + 4 minutes	851,7 (123525)	982,1 (142445)

Le tableau 4.13 montre que le PS-1000B dû à son utilisation en plus faible quantité permet d'obtenir des résistances après frittage plus élevées que le ZnSt. En effet, un gain d'environ 9% au niveau de la résistance après frittage a été obtenu dans le cas du mélange contenant 0,3% PS-1000B comparativement à celui avec 0,75% ZnSt. Il est à noter que

le gain était similaire indépendamment de la densité du comprimé (gain de 8% à 6,8 g/cm<sup>3</sup> et de 9% à 7,0 g/cm<sup>3</sup>) contrairement aux résultats pour la résistance à vert qui offraient un gain plus élevé en fonction de la densité. Dans le cas des pièces frittées, le nombre de contacts métal-métal importe moins étant donné que le frittage favorise une jonction entre les différentes particules beaucoup plus importante réduisant la porosité et augmentant énormément la résistance du comprimé. Le gain au niveau de la résistance après frittage provient essentiellement du fait que pour une même masse, il y a plus de particules de poudres d'acier étant donné qu'il y a moins de lubrifiant. Par conséquent, un plus grand nombre de liens se créent lors du frittage donnant une plus grande résistance après frittage.

#### **4.11 Conclusions**

Au cours de ce chapitre, un nouveau lubrifiant a été expérimenté. Il est à noter que plusieurs procédures de mélange ont été utilisées afin d'obtenir des propriétés optimales avec ce nouveau lubrifiant. Les résultats importants obtenus sont :

- Les mélanges réalisés avec le lubrifiant PS-1000B dans le mélangeur double cône ont démontré qu'il était possible d'obtenir un écoulement similaire avec 0,25% de PS-1000B qu'un mélange de 0,75% EBS. Par contre, l'écoulement était de 5 secondes supérieures à celui du mélange avec 0,75% ZnSt. La densité apparente

avec 0,25% de PS-1000B était de  $0,05 \text{ g/cm}^3$  inférieure par rapport au mélange avec 0,75% ZnSt. Une augmentation de la quantité de PS-1000B avait pour effet d'accentuer l'écart entre le PS-1000B et le ZnSt et cet écart atteignait  $0,2 \text{ g/cm}^3$  lorsque la quantité de PS-1000B était de 0,4%. L'utilisation de 0,3% PS-1000B a cependant permis d'obtenir des gains importants de compressibilité d'environ  $0,1 \text{ g/cm}^3$  lorsque la pression de compaction était élevée (689 MPa (50 tsi)) en plus de permettre une amélioration de la résistance à vert de 7% et de 12% pour des densités respectives de 6,8 et  $7,0 \text{ g/cm}^3$ . Au niveau de l'éjection des comprimés, il semble qu'une quantité de 0,4% PS-1000B soit acceptable, car les valeurs des pics d'éjection étaient similaires à ceux obtenus avec 0,75% ZnSt. Cependant, un problème majeur noté avec le PS-1000B est que, lorsqu'il est mélangé dans un double cône, il favorise la formation d'agglomérats rendant le mélange hétérogène.

- Le mélangeur à fluidisation mécanique a permis d'éliminer les agglomérats retrouvés dans les mélanges réalisés dans le double cône. De plus, le gain au niveau de la résistance à vert d'un mélange avec 0,3% PS-1000B mélangé pendant 2 minutes dans le mélangeur à fluidisation mécanique a pratiquement doublé par rapport à l'utilisation d'un double cône. La densité apparente a également pu être améliorée grâce à l'utilisation du mélangeur à fluidisation mécanique. Le seul point négatif de l'utilisation du mélangeur à fluidisation mécanique est le temps d'écoulement qui est de beaucoup supérieur aux lubrifiants conventionnels.

- L'utilisation d'une même quantité de PS-1000B et de ZnSt, c'est-à-dire 0,3% a démontré que le ZnSt donnait un meilleur écoulement d'au moins 5 secondes et une meilleure densité apparente de  $0,2 \text{ g/cm}^3$ . Au niveau de la compressibilité, les résultats étaient similaires. De plus, pour une même quantité de lubrifiant le PS-1000B a donné des résistances à vert plus élevées que le ZnSt. Au niveau de l'éjection des comprimés, le mélange avec 0,3% PS-1000B a donné des résultats statistiquement équivalents au mélange standard composé de 0,75% ZnSt réalisé à l'aide d'un double cône et meilleurs que ceux pour 0,3% ZnSt. De ce fait, il est donc possible en utilisant 0,3% PS-1000B d'obtenir des gains importants au niveau de la compressibilité et de la résistance à vert tout en ayant des forces d'éjection acceptables.
- Le cabosil, un agent favorisant l'écoulement, a montré qu'il permettait d'améliorer considérablement l'écoulement lorsqu'il est ajouté au PS-1000B en faible quantité (0,025%). Cependant, le cabosil a entraîné la dégradation de la résistance à vert et de la densité apparente. Au niveau de la résistance à vert, cette dernière demeurait par contre plus élevée qu'un mélange standard avec 0,75% ZnSt.
- Il a été également démontré que le PS-1000B mélangé avec la poudre de base dans certaines conditions de mélange bien précises agissait comme un liant temporaire et améliorait significativement les propriétés du mélange. Ainsi, des pertes en carbone de 4,7% ont été obtenues comparativement à 58% pour un



mélange standard de ZnSt. De plus, dans ces conditions, les propriétés comme l'écoulement, la densité apparente et la résistance à vert étaient améliorées significativement. Les valeurs d'écoulement et de densité apparente étaient même meilleures, et ce pour la première fois, que celles obtenues avec le ZnSt.

- Une nouvelle méthode de mélange, nécessitant un mélange préliminaire, a également été développée afin d'être en mesure d'utiliser un mélangeur double cône pour la conception de mélanges contenant du PS-1000B sans qu'il y ait formation d'agglomérats. Ainsi, il a été possible de concevoir des mélanges dans le double cône sans agglomération et certaines propriétés (densité apparente, résistance à vert) étaient améliorées alors que d'autres étaient moins bonnes (écoulement, compressibilité). Cependant, cette méthode requiert l'utilisation d'un mélangeur à fluidisation et ce dernier après la fabrication du mélange maître doit être complètement nettoyé et cette opération peut être très longue. Comme un mélangeur à fluidisation mécanique doit être utilisé de toute façon et que les propriétés sont similaires, il est recommandé d'effectuer simplement le mélange dans ce dernier, ce qui permettra de sauver des étapes de production et donc du temps.
- Le comportement du PS-1000B lors du frittage a également été étudié et il est ressorti que ce dernier se brûlait complètement à une température de 450°C, ce qui n'est pas le cas du ZnSt (20% du ZnSt n'est pas éliminé). De plus, des gains

d'environ 10% étaient obtenus avec le PS-1000B au niveau de la densité après frittage comparativement au ZnSt.

Le tableau 4.14 résume l'ensemble des résultats importants obtenus au cours de ce chapitre. Ainsi, nous avons montré qu'il était possible d'utiliser une quantité de 0,55% de lubrifiant conditionnel avec le mélangeur à fluidisation mécanique et que la quantité de lubrifiant pouvait être réduite à 0,3% avec l'emploi du PS-1000B. Nous avons également démontré que le PS-1000B mélangé avec la poudre de base dans certaines conditions de mélange bien précises agissait comme un liant temporaire et améliorait significativement les propriétés du mélange. Ainsi, des pertes en carbone de 15,9% ont été obtenues comparativement à 58% pour un mélange standard de ZnSt. De plus, dans ces conditions, les propriétés comme l'écoulement, la densité apparente et la résistance à vert étaient améliorées significativement. Les valeurs d'écoulement et de densité apparente étaient même meilleures, et ce pour la première fois, que celles obtenues avec le ZnSt.

Tableau 4.14 : Résumé des résultats importants obtenus au cours des chapitres 3 et 4

Propriétés	0,75% ZnSt référence	0,55% ZnSt	0,3% PS- 1000B	0,3% PS-1000B + 0,025% cabosil	0,3% PS-1000B Condition P2
Écoulement (sec/50g)	27,9	27,3	38,1	32,6	28,4
Densité apparente (g/cm <sup>3</sup> )	3,18	3,22	3,09	2,95	3,27
Densité à vert à 689 MPa (50 tsi) en g/cm <sup>3</sup>	7,09	7,14	7,17	7,17	7,19
Résistance à vert en MPa (psi) à 7,0 g/cm <sup>3</sup>	7,34 (1064)	7,92 (1148)	9,10 (1320)	7,94 (1151)	9,50 (1378)
Force moyenne d'éjection (kN)	7,34 ± 0,11	7,64 ± 0,11	7,56 ± 0,22	ND	7,75 ± 00,22
Résistance à l'émission de poussière (% perte en carbone)	58,5	ND	50,6%	ND	15,9%

## CHAPITRE 5

### ESSAIS AVEC D'AUTRES LUBRIFIANTS ET LIANTS

---

#### **5.1 Introduction**

Jusqu'à présent, l'utilisation d'un nouveau mélangeur a été expérimentée ainsi qu'un nouveau lubrifiant pouvant être utilisé en quantité moindre. De plus, dans des conditions bien particulières de mélange, il a été démontré que ce nouveau lubrifiant pouvait agir comme liant temporaire et ainsi diminuer de façon significative l'émission de poussières. Par conséquent, pour évaluer véritablement les effets bénéfiques de l'utilisation de ce nouveau lubrifiant, d'autres essais ont été réalisés avec un autre lubrifiant et deux liants différents. Le lubrifiant utilisé provient de la compagnie Clariant et il s'appelle le Métallogenwax. En réalité, c'est une cire de polypropylène. Ce nouveau lubrifiant est supposé être employé lors de l'élaboration de mélanges à tiède, mais il a été décidé pour l'instant de l'expérimenter à froid faute d'équipement adéquat. Or, deux mélanges (0,75% et 0,55% lubrifiant) ont été réalisés avec ce lubrifiant dans le mélangeur à fluidisation mécanique afin d'être en mesure de comparer les résultats à ceux obtenus avec les lubrifiants conventionnels et le PS-1000B. Deux liants différents ont également été expérimentés afin de les comparer avec les résultats obtenus dans les cas où le PS-1000B agissait comme liant temporaire. Le premier liant de la compagnie Apex Advanced Technologies s'appelle le binder-102 et il a déjà été utilisé dans le contexte du moulage par injection alors que le deuxième liant de la compagnie Solutia se nomme le

Butvar et il est actuellement utilisé comme liant par l'industrie des céramiques. Le

Butvar est en réalité une résine de polyvinyle.

### ***5.2 Essai avec le Métallocenwax***

Les essais avec le Métallocenwax ont été réalisés dans le mélangeur à fluidisation mécanique et avec le même lot de poudre de MP35 que celui utilisé pour la majorité des essais réalisés avec le PS-1000B et ceux du chapitre 3 (voir tableau 3.1 pour granulométrie de la poudre utilisée). Le tableau 5.1 résume les différents résultats obtenus avec ce lubrifiant.

Tableau 5.1 : Résultats obtenus avec le Métallocenwax et le mélangeur à fluidisation mécanique

Mélanges	Lubrifiant	Conditions de mélange dans le mélangeur à fluidisation mécanique	Écoulement (sec/50g)	Densité apparente (g/cm <sup>3</sup> )	Densité à vert à 275, 414, 552, 689 MPa (20, 30, 40, 50 tsi) (g/cm <sup>3</sup> )	Résistance à vert à 6.80 et à 7.00 g/cm <sup>3</sup> en MPa(psi)
MP35 1% graphite 2% cuivre	0,75% Métallocenwax	2 + 1 min	34,6	2,80	6,27 6,68 6,88 6,99	-
		2 + 2 min	34,2	2,83	6,27 6,66 6,88 7,00	10,47 (1519) 12,07 (1750)
		2 + 4 min	33,9	2,86	6,28 6,68 6,88 6,99	-
		2 + 6 min	33,5	2,88	6,29 6,68 6,89 7,01	10,18 (1477) 11,84 (1717)
		2 + 10 min	32,9	2,90	6,31 6,69 6,90 7,01	-
		2 + 15min	32,3	2,92	6,31 6,69 6,90 7,00	9,39 (1362) 11,52 (1671)
MP35 1% graphite 2% cuivre	0,55% Métallocenwax	2 + 1 min	34,0	2,80	6,27 6,69 6,93 7,06	-
		2 + 2 min	32,6	2,84	6,27 6,69 6,93 7,05	10,60 (1537) 12,29 (1782)
		2 + 4 min	32,3	2,88	6,28 6,70 6,92 7,06	-
		2 + 6 min	31,9	2,90	6,29 6,69 6,93 7,07	10,27 (1489) 12,09 (1754)

Mélanges	Lubrifiant	Conditions de mélange dans le mélangeur à fluidisation mécanique	Écoulement (sec/50g)	Densité apparente (g/cm <sup>3</sup> )	Densité à vert à 275, 414, 552, 689 MPa (20, 30, 40, 50 tsi) (g/cm <sup>3</sup> )	Résistance à vert à 6.80 et à 7.00 g/cm <sup>3</sup> en MPa(psi)
MP35 1% graphite 2% cuivre	0,55% Métallocenwax	2 + 10 min	31,7	2,94	6,29 6,71 6,93 7,07	-
		2 + 15min	31,5	2,96	6,31 6,72 6,95 7,07	9,43 (1367) 11,71 (1698)
MP35 1% graphite 2% cuivre	0,75% ZnSt	4 min	29,7	3,19	6,37 6,77 6,97 7,09	6,18 (896) 7,36 (1067)
MP35 1% graphite 2% cuivre	0,3% PS-1000B	2 + 4 min	32,9	3,08	6,36 6,77 7,03 7,18	6,88 (998) 8,65 (1255)
MP35 1% graphite 2% cuivre	0,3% PS-1000B	2 + 4 min P2*	28,4	3,27	6,35 6,79 7,04 7,19	7,40 (1073) 9,50 (1378)

\* P2 fait référence aux conditions de mélange particulières du chapitre 4

Le tableau 5.1 illustre, au niveau de l'écoulement, les mêmes tendances que celles obtenues avec le ZnSt et le PS-1000B à savoir une amélioration de l'écoulement avec une augmentation du temps de mélange dans le mélangeur à fluidisation mécanique. De plus, un meilleur écoulement a été obtenu avec une quantité de 0,55% comparativement à 0,75%. Par contre, les résultats obtenus sont moins bons que ceux obtenus avec le ZnSt. En effet, pour une même quantité de lubrifiant et un même temps de mélange (4 minutes) le Métallocenwax a donné un écoulement supérieur de 5 secondes par rapport au ZnSt. Cependant, les résultats d'écoulement sont similaires à ceux obtenus avec le PS-1000B lorsqu'une quantité de 0,55% de Métallocenwax est utilisée (0,3% PS-1000B a donné

32,9 sec/50g vs 32,3 sec/50g pour 0,55% Métallocenwax). Nous pensons qu'une augmentation de la température de mélange pourrait améliorer l'écoulement étant donné que ce lubrifiant a été conçu pour être utilisé à tiède, mais ceci serait à confirmer dans des travaux ultérieurs. Cependant, il est pensé qu'une augmentation de la température influencera positivement la viscosité, c'est-à-dire entraînera une diminution de cette dernière de sorte que le lubrifiant s'écoulera mieux et ainsi nuira moins à l'écoulement du mélange de poudre.

Au niveau de la densité apparente, les mêmes commentaires que dans le cas de l'écoulement s'appliquent, c'est-à-dire une augmentation de la densité apparente en fonction du temps de mélange. La densité apparente a augmenté d'environ  $0,15 \text{ g/cm}^3$  et ce pour un temps de mélange passant de 1 minute à 15 minutes. De plus, une augmentation de la densité apparente d'environ  $0,02$  à  $0,04 \text{ g/cm}^3$  a été notée avec une diminution de la quantité de lubrifiant. Cependant, la densité apparente obtenue est de beaucoup inférieure au ZnSt et au PS-1000B. La différence de densité apparente entre le Métallocenwax et le ZnSt était de  $0,3 \text{ g/cm}^3$  alors qu'elle était d'environ  $0,2 \text{ g/cm}^3$  par rapport au PS-1000B lorsque ce dernier était mélangé dans les conditions habituelles et de  $0,38 \text{ g/cm}^3$  lorsque mélangé selon les conditions spécifiques P2.

Les résultats de compressibilité montrent que le Métallocenwax est toujours moins efficace que les deux autres lubrifiants considérés. Les densités à vert obtenues pour les différentes pressions de compactage étaient toutes inférieures à celles obtenues avec le



ZnSt et avec le PS-1000B. La différence maximale enregistrée par rapport au ZnSt pour une quantité de 0,75% de Métallocenwax était de  $0,1 \text{ g/cm}^3$ . De plus, en comparant, le Métallocenwax avec le PS-1000B, l'écart au niveau de la densité à vert pour une pression de 689 MPa (50tsi) est d'environ  $0,2 \text{ g/cm}^3$ .

Le lubrifiant Métallocenwax a permis cependant d'observer des résistances à vert beaucoup plus élevées que les autres lubrifiants expérimentés. D'ailleurs, le tableau 5.2 montre les gains obtenus avec le Métallocenwax au niveau de la résistance à vert lorsque ce dernier était mélangé pendant 6 minutes dans le mélangeur à fluidisation mécanique.

Tableau 5. 2 : Gains obtenus au niveau de la résistance à vert avec le Métallocenwax

	Gains obtenus par rapport à un mélange avec 0,75% ZnSt		Gains obtenus par rapport à un mélange standard avec 0,3% PS-1000B		Gains obtenus par rapport à un mélange avec 0,3% PS-1000B (mélange optimum, condition P2)	
	6,8 $\text{g/cm}^3$	7,0 $\text{g/cm}^3$	6,8 $\text{g/cm}^3$	7,0 $\text{g/cm}^3$	6,8 $\text{g/cm}^3$	7,0 $\text{g/cm}^3$
<b>0,75% Métallocenwax</b> à $6,8 \text{ g/cm}^3 \rightarrow 10,18 \text{ MPa}$ à $7,0 \text{ g/cm}^3 \rightarrow 11,84 \text{ MPa}$	65% (6,18 MPa)	61% (7,36 MPa)	48% (6,88 MPa)	37% (8,65 MPa)	38% (7,40 MPa)	25% (9,50 MPa)

Dans le tableau 5.2, il est possible d'observer que le Métallocenwax permet des gains très importants au niveau de la résistance à vert. En effet, les résistances à vert obtenues sont beaucoup plus élevées avec le Métallocenwax que le ZnSt (plus de 60%). De plus, bien que le PS-1000B soit utilisé en quantité moindre que le Métallocenwax (0,3% PS-1000B vs 0,75% Métallocenwax), des gains de l'ordre de 40% ont été enregistrés lorsque le PS-

1000B était mélangé dans des conditions standards. Ce qui est encore plus intéressant, c'est que le Métallocenwax a permis d'obtenir des gains variant entre 38% et 25% par rapport à une utilisation optimale du PS-1000B.

De plus, le Métallocenwax a conduit à une amélioration de 30% de la résistance à vert par rapport à des mélanges avec de l'EBS lorsque les deux lubrifiants étaient mélangés pendant 2 minutes dans le mélangeur à fluidisation mécanique (10,47 MPa (1519 psi) avec 0,75% Métallocenwax comparativement à 7,62 MPa (1105 psi) avec 0,75% d'EBS pour une densité de  $6.8\text{g/cm}^3$  (voir chapitre 3)). Or, actuellement sur le marché, l'EBS était le lubrifiant qui permettait d'obtenir les résistances à vert les plus élevées (comparativement aux différents stéarates). À partir des différents résultats de résistance à vert, il est possible de conclure que le Métallocenwax est le lubrifiant permettant d'obtenir les résistances à vert les plus élevées parmi tous les lubrifiants expérimentés au cours de ce projet. Ce qui est encore plus intéressant dans son cas, c'est qu'il n'a peut-être pas atteint son plein potentiel étant donné qu'il est conçu pour fonctionner à des températures plus élevées que l'ambiante.

Les essais avec le Métallocenwax réalisés à la température ambiante ont démontré que ce lubrifiant était inférieur aux lubrifiants conventionnels et au PS-1000B en terme d'écoulement, de densité apparente et de compressibilité, mais qu'il permettait d'obtenir des résistances à vert beaucoup plus élevées. Par contre, ce lubrifiant est supposément conçu pour être employé lors de la réalisation de mélanges à tiède, ainsi nous pensons

qu'avec une élévation de la température de mélange toutes les propriétés seront améliorées. Advenant le cas que l'écoulement, la densité apparente et la compressibilité soient améliorés, ce lubrifiant pourrait s'avérer très bénéfique étant donné les résistances à vert élevées qu'il a été possible d'obtenir. Ainsi, il est recommandé de procéder à d'autres essais avec ce lubrifiant, une fois qu'un équipement adéquat sera installé dans le laboratoire permettant ainsi de réaliser des mélanges à tiède. Comme la température optimale pour ce lubrifiant est inconnue, il serait approprié de faire des essais à différentes températures pour des intervalles de 25°C pour des températures variant entre 25 et 150°C. Advenant le cas que les propriétés s'améliorent constamment, il faudrait continuer à augmenter la température jusqu'à l'atteinte de propriétés optimales.

### **5.3 Essais de liantage**

Comme il a été mentionné précédemment, deux liants ont été expérimentés au cours de ce projet : le Binder-102 et le Butvar. Ces deux liants sont distincts de part leur nature, mais également au niveau de la façon de les incorporer dans le mélange. En effet, comme il est mentionné dans la revue de la littérature, il existe deux façons d'introduire des liants : sous forme solide ou par vaporisation à partir d'une solution contenant un solvant et un liant. Le Binder-102 a été introduit sous forme solide et mélangé de la même façon qu'un lubrifiant alors que le Butvar a été dilué dans de l'acétone pour former une solution de 10% et il a été vaporisé sur le mélange. Il est à noter que le

Butvar a dû être dilué dans de l'acétone (de façon à obtenir une solution de 10%) étant donné que le méthanol n'a pas permis de le diluer complètement ce qui aurait entraîné des problèmes lors de la vaporisation de la solution (blocage de la buse). Il est à noter que le mélangeur à fluidisation mécanique a été quelque peu modifié afin qu'il soit apte pour effectuer des essais de liantage. Par conséquent, une buse a été installée sur le couvercle du mélangeur, cette dernière est reliée à un réservoir contenant la solution à vaporiser. De plus, le mélangeur est relié à une pompe mécanique permettant d'effectuer le vide dans le mélangeur une fois la solution introduite et ainsi évaporer le solvant. Généralement, il faut environ 5 minutes pour l'introduction de la solution et 2 heures pour l'évaporation du solvant sous vide. Dans le cas de l'introduction de la solution, les socs du mélangeur à fluidisation mécanique tournent à une vitesse de 300 RPM alors que lors de l'évaporation leur vitesse est de 60 RPM.

Des mélanges ont été réalisés avec ces deux liants. Cependant, il est à noter que la poudre de base utilisée était de la MP35, mais que la granulométrie était distincte pour les deux essais. Ainsi, les résultats ne peuvent pas être comparés directement entre eux, mais il est possible de les comparer avec un mélange de référence contenant 0,75% ZnSt. La granulométrie pour les essais avec le Binder-102 est la même que celle utilisée au chapitre 3 et lors des essais avec le PS-1000B alors que celle employée pour les essais avec le Butvar se retrouve au tableau 5.3.

Tableau 5.3 : Granulométrie de la poudre de base utilisée pour réaliser les essais avec le Binder-102 et le Butvar

Ouverture des tamis	Granulométrie de la poudre utilisée lors des essais avec le Binder-102 (% poids)	Granulométrie de la poudre utilisée lors des essais avec le Butvar (% poids)
+ No. 60	0	0
+ No. 80	9,4	3,3
+ No. 100	12,6	5,8
+ No. 140	29,8	19,8
+ No. 200	23,6	23,3
+ No. 325	16,5	27,6
- No. 325	8,1	20,2

Les résultats obtenus pour chacun des liants se retrouvent dans les deux sections subséquentes.

### 5.3.1 Résultats obtenus avec le Binder-102

Le tableau 5.4 présente les résultats obtenus lors de la mesure des différentes propriétés pour des mélanges contenant le Binder-102. Il est à noter que les essais avec le Binder-102 ont été réalisés selon les conditions particulières de mélange P4 développées avec le PS-1000B. De plus, le tableau comprend les résultats obtenus avec du ZnSt et du PS-1000B dans des conditions optimales d'utilisation (P2) et dans des conditions similaires (P4).

Tableau 5.4 : Résultats obtenus avec le liant Binder-102

Mélange	Cond. de mélange	Écoulement (sec/50g)	Densité app. (g/cm <sup>3</sup> )	Densité à vert à 276, 414, 552 et 689 MPa (g/cm <sup>3</sup> )	Résistance à vert en MPa (psi)		% perte en carbone (résistance émission de poussières)
					6,8 g/cm <sup>3</sup>	7,0 g/cm <sup>3</sup>	
MP35 1% gr. 2% Cu 0,75% ZnSt	4 min FM	29,7	3,19	6,37 6,77 6,97 7,09	6,18 (896)	7,36 (1067)	58,5
MP35 1% gr. 2% Cu 0,3% PS-1000B	2+4 min FM P2	28,4	3,27	6,35 6,79 7,04 7,19	7,40 (1073)	9,50 (1378)	15,9
MP35 1% gr. 2% Cu 0,4% PS-1000B	2+4 min FM P4	27,9	3,30	6,35 6,78 7,02 7,16	7,28 (1056)	8,50 (1233)	4,7
MP35 1% gr. 2% Cu 0,4% Binder-102	2+4 min FM P4	27,7	3,16	6,38 6,79 7,05 7,19	6,72 (975)	8,50 (1233)	1,1

FM : Mélangeur fluidisation mécanique

Le tableau 5.4 montre que le Binder-102 se compare avantageusement au lubrifiant PS-1000B lorsqu'il est employé dans les mêmes conditions. En effet, l'écoulement est sensiblement le même, c'est-à-dire 27,9 sec/50g pour le PS-1000B et 27,7 sec/50g pour le Binder-102. Par contre, le Binder-102 a donné une densité apparente de 3,16 g/cm<sup>3</sup>, ce qui est inférieur au PS-1000B de 0,14g/cm<sup>3</sup>. Néanmoins, la densité apparente obtenue avec le Binder-102 est comparable à celle mesurée avec le ZnSt.

Au niveau de la compressibilité, lorsqu'il est utilisé dans les mêmes conditions de mélange et selon une même quantité le Binder-102 donne des résultats quelque peu supérieurs au PS-1000B. Par exemple, pour une pression de compactage de 689 MPa (50 tsi), une densité à vert de  $7,19 \text{ g/cm}^3$  a été obtenue avec 0,4% Binder-102 alors qu'elle était de  $7,16 \text{ g/cm}^3$  avec 0,4% PS-1000B. Une différence de  $0,03 \text{ g/cm}^3$  a également été notée pour une pression de compactage de 552 MPa (40 tsi). En fait, les valeurs de compressibilité obtenues avec 0,4% Binder-102 sont équivalentes à celles obtenues pour une quantité moindre de PS-1000B, c'est-à-dire 0,3%. Par conséquent, tout comme pour une quantité de 0,3% de PS-1000B, un gain de  $0,1 \text{ g/cm}^3$  a été enregistré avec le Binder-102 au niveau de la densité à vert pour une pression de compactage de 689 MPa (50 tsi).

Les résistances à vert mesurées avec 0,4% Binder-102 semblent similaires à celles obtenues avec une même quantité de PS-1000B. En effet, pour une densité de  $7,0 \text{ g/cm}^3$ , une résistance à vert de 8,50 MPa (1233 psi) a été notée dans les deux cas. Cependant, lorsque la densité était de  $6,8 \text{ g/cm}^3$ , le PS-1000B a donné une résistance à vert supérieure de 0,56 MPa. À partir de ces résultats de résistances à vert, il est assez difficile de conclure au niveau de l'efficacité du Binder-102 par rapport au PS-1000B, mais il est assuré tel qu'il est montré dans le tableau 5.4 que le Binder-102 permet une amélioration de la résistance à vert par rapport au ZnSt étant donné qu'une quantité moindre est utilisée.

Finalement, comme le Binder-102 est un liant, le test de la résistance à l'émission de poussières a été effectué. Ce liant, comme le montre le tableau 5.4, a permis d'obtenir d'excellents résultats, car une perte de seulement 1,1% de carbone a été notée lors du test de la résistance à l'émission de poussières. Ce résultat est le meilleur enregistré lors d'un tel test. En effet, avec le PS-1000B, il avait été possible d'obtenir des pertes de 4,7% ce qui s'avérait le meilleur résultat jusqu'à présent. Cette faible perte en carbone signifie que le Binder-102 possède d'excellentes propriétés de liaison, mais comme il est stipulé dans la littérature un bon liant doit posséder également des bonnes propriétés lubrifiantes. Par conséquent, il a été décidé d'évaluer les pics ainsi que les forces moyennes d'éjection. Ces résultats se retrouvent dans les figures 5.1 et 5.2.

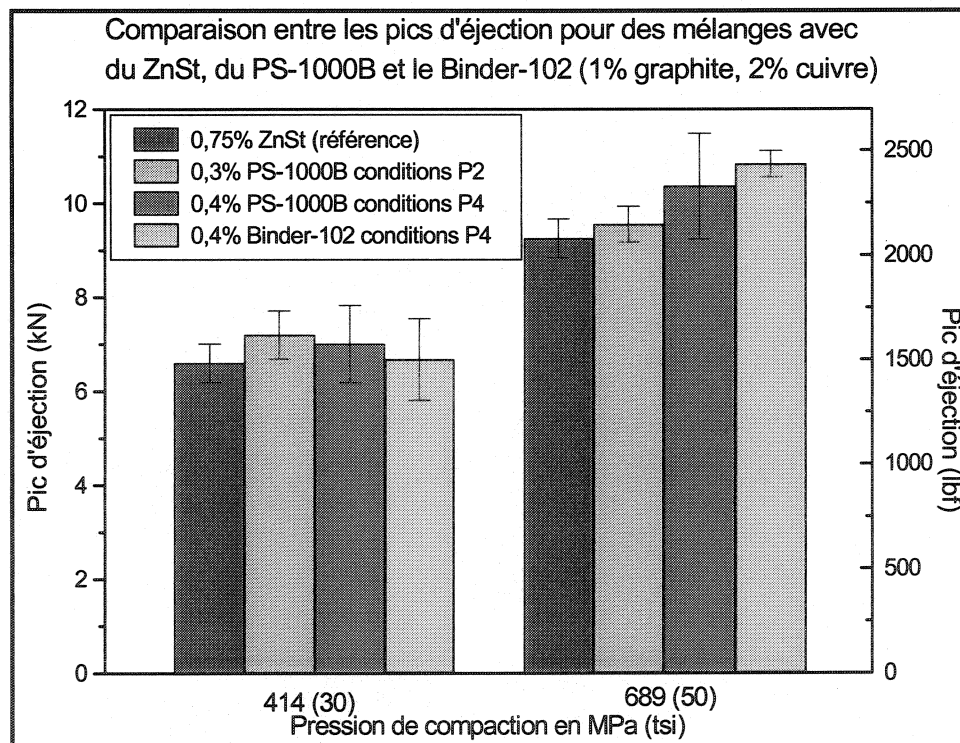


Figure 5.1 : Mesures des pics d'éjection pour des mélanges avec du ZnSt, du PS-1000B et le Binder-102



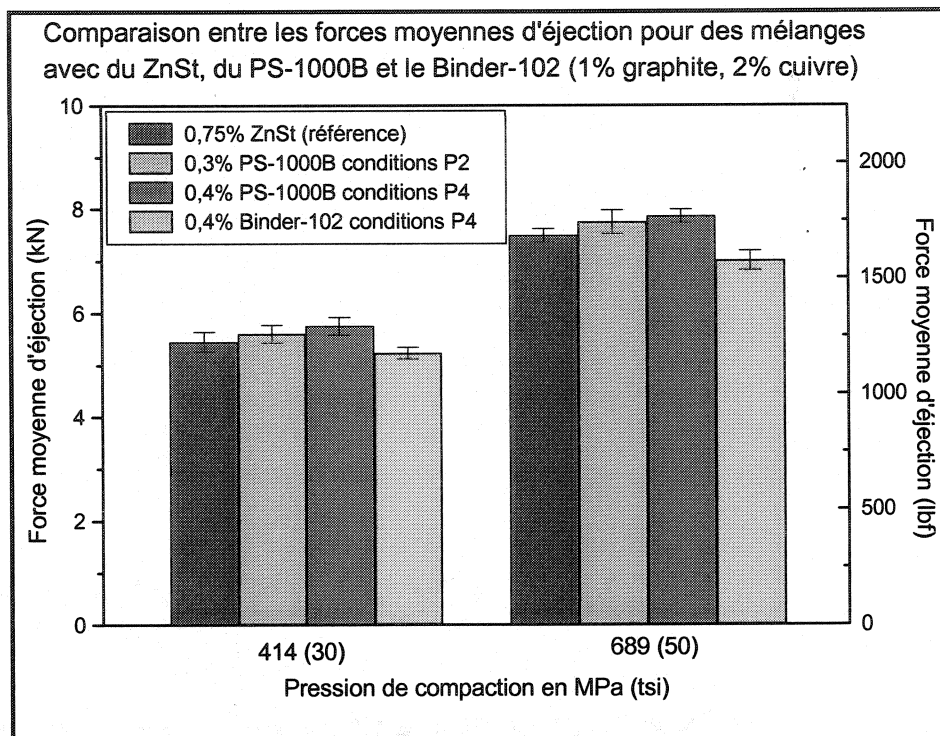


Figure 5.2 : Mesures des forces moyennes d'éjection pour des mélanges avec du ZnSt, du PS-1000B et le Binder-102

La figure 5.1 concernant les pics d'éjection est difficilement interprétable. En effet, les mesures des pics d'éjection (moyenne de trois essais) comportaient des variations importantes, ce qui peut fausser l'interprétation des résultats. Par exemple, dans le cas des mesures effectuées pour une pression de 414 MPa (30 tsi) sur les mélanges avec 0,4% de PS-1000B et de Binder-102, des écarts de 1,45 kN (327 lbf) et de 1,57 kN (354 lbf) ont été enregistrés respectivement entre certaines mesures. Par conséquent, ces écarts influencent énormément la valeur moyenne obtenue et il devient difficile de tirer des conclusions au niveau des pics d'éjection dans ce cas-ci. Il en est de même pour les valeurs obtenues à 689 MPa (50 tsi). En effet, les résultats obtenus au niveau des pics d'éjection étaient plus élevés pour une quantité de 0,4% PS-1000B que pour une quantité

de 0,3%. Ce résultat est nécessairement erroné étant donné qu'une plus grande quantité d'un même lubrifiant facilite l'éjection (démontré dans la revue de la littérature et à l'aide des résultats précédents). À partir de ces résultats, il est pratiquement impossible d'arriver à des conclusions valables en ce qui concerne les pics d'éjections. Par contre, il semble évident qu'une quantité de Binder-102 donne des pics d'éjection plus élevés qu'une quantité de 0,75% ZnSt et la raison principale, comme c'était le cas pour le PS-1000B, est attribuable à l'utilisation d'une quantité inférieure de lubrifiant.

Cependant, la figure 5.2 permet une meilleure interprétation des résultats au niveau de l'éjection étant donné que les variations entre les mesures sont de moindre importance (variation maximale d'environ 0,33 kN (75 lbf)). Au niveau de la force moyenne d'éjection, il est observé que le Binder-102 est celui qui permet d'avoir les plus faibles valeurs. De plus, en comparant les deux résultats obtenus avec le PS-1000B (0,3% et 0,4%) avec celui du ZnSt (0,75%), il est observé qu'il n'y a pas de différence entre ces trois résultats d'un point de vue statistique (les résultats sont tous compris à l'intérieur d'un écart-type). Par contre, il en est tout autrement pour le binder-102 qui est inférieur au ZnSt et ce même en tenant compte de l'écart type. Par exemple, le Binder-102 à 689 MPa a donné une force moyenne d'éjection de  $7,01 \pm 0,19$  kN comparativement à  $7,49 \pm 0,13$  kN pour le ZnSt. À partir de ces résultats, il est possible de conclure que la force moyenne d'éjection du Binder-102 est inférieure à celle obtenue avec les autres lubrifiants expérimentés. Par conséquent, le Binder-102 possède de bonnes propriétés de lubrification en plus d'avoir d'excellentes propriétés de liaison. Il faudrait seulement

vérifier le Binder-102 en production afin d'être en mesure de vérifier plus adéquatement le taux d'usure des matrices par rapport au ZnSt.

Dans cette section, il a donc été possible d'observer que le Binder-102 permettait d'obtenir un écoulement similaire (27,7 sec/50g) au PS-1000B lorsqu'il était utilisé dans des conditions spécifiques P4. De plus, une amélioration de 2 secondes a été obtenue par rapport à un mélange conventionnel avec du ZnSt. Cependant, la densité apparente était inférieure de  $0,14 \text{ g/cm}^3$  à celle du PS-1000B, mais similaire au ZnSt. Au niveau de la compressibilité, une quantité de 0,4% de Binder-102 donne des résultats comparables à une quantité de 0,3% PS-1000B suggérant que le Binder-102 permet l'atteinte d'une meilleure compressibilité. Lorsqu'une même quantité de PS-1000B et de Binder-102 était utilisée, la résistance à vert était similaire et par le fait même le Binder-102 donne des valeurs supérieures au ZnSt employé selon une quantité de 0,75%. Finalement, le Binder-102 s'est avéré un excellent liant avec des pertes en carbone de 1,1% et un excellent lubrifiant avec des forces moyennes d'éjection inférieures aux autres lubrifiants.

### **5.3.2 Résultats obtenus avec le Butvar**

Le tableau 5.5 montre les résultats obtenus avec le liant Butvar. De plus, le tableau regroupe les résultats obtenus avec du ZnSt et du PS-1000B. Ces derniers serviront de base comparative étant donné que ces mélanges ont été obtenus à partir du même lot de poudre d'acier que celui utilisé pour le mélange avec le Butvar (granulométrie et

composition chimique). Il est à noter que la granulométrie utilisée était présentée au tableau 5.3.

Tableau 5.5 : Propriétés mesurées pour un mélange contenant le liant Butvar

Mélange	Cond. de mélange	Écou- lement (sec/50g)	Densité app. (g/cm <sup>3</sup> )	Densité à vert à 276, 414, 552 et 689 MPa (g/cm <sup>3</sup> )	Résistance à vert en MPa (psi)		% perte en carbone
					6,8 g/cm <sup>3</sup>	7,0 g/cm <sup>3</sup>	
MP35 1% gr. 2% Cu 0,75% ZnSt	4 min FM	30,8	3,14	6,27 6,68 6,89 7,01	6,71 (973)	8,91 (1293)	≈58
MP35 1% gr. 2% Cu 0,3% PS-1000B	2+4 min FM	35,6	3,06	6,22 6,64 6,92 7,09	6,98 (1013)	9,18 (1332)	≈50
MP35 1% gr. 2% Cu 0,5% ZnSt 0,35% Butvar (sol. 10%)	2+5 min FM + évaporation 2 heures	22,3	3,64	6,31 6,67 6,88 7,00	6,91 (1002)	8,74 (1268)	2,65

\* FM : mélangeur à fluidisation mécanique

Dans le tableau 5.5, deux résultats sont très importants et intéressants. En effet, avec une quantité de 0,35% de Butvar et 0,5% ZnSt, il a été possible d'obtenir un résultat unique au niveau de l'écoulement étant donné qu'un temps de 22,3 sec/50g constitue une amélioration de 8 secondes par rapport à un mélange standard. De plus, aucun autre essai n'avait permis d'obtenir un tel résultat au niveau de l'écoulement étant donné que le meilleur résultat enregistré au cours de ce travail était d'environ 27-28 sec/50g et ce

même pour des lots de poudres plus grossiers. En ce qui concerne la densité apparente, les résultats ont été aussi importants étant donné que ce liant a permis d'obtenir une densité apparente de  $3,64 \text{ g/cm}^3$  constituant une amélioration de  $0,5 \text{ g/cm}^3$  par rapport à un mélange standard avec 0,75% ZnSt.

La compressibilité avec le Butvar est demeurée inchangée par rapport aux mélanges avec 0,75% ZnSt. Il est à noter que la compressibilité d'une poudre dépend beaucoup plus des propriétés de la poudre elle-même (granulométrie, morphologie, dureté ainsi que la composition et la propreté chimique) que du lubrifiant. En fait, comme il a été démontré, c'est la quantité de lubrifiant qui influence surtout la compressibilité. Or, dans le cas du Butvar, la quantité était de 0,85% (35% Butvar + 0,5% ZnSt), ce qui est s'apparente au mélange standard contenant 0,75% ZnSt. Ceci explique le fait que la compressibilité était similaire entre ces deux mélanges. Par contre, c'est toujours le PS-1000B avec son utilisation en plus faible quantité qui permet d'obtenir la meilleure compressibilité.

La résistance à vert avec le Butvar était plus grande que celle avec 0,75% ZnSt pour une densité de  $6,8 \text{ g/cm}^3$ , mais inférieure pour une densité de  $7,0 \text{ g/cm}^3$ . Cependant, il est à noter que les écarts étaient minimes, c'est-à-dire de 2 à 4%. Comme les résultats n'ont pas de différence significative entre eux, il est pensé que la résistance à vert entre ces mélanges est similaire. Une diminution de la quantité du système liant-lubrifiant pourrait peut-être donner des résistances à vert supérieures. En effet, lors des présents essais, une quantité total de 0,85% liant-lubrifiant a été utilisée. Ainsi, en diminuant cette quantité

quelque peu, il serait possible, comme dans le cas du PS-1000B, d'obtenir des résistances à vert supérieures étant donné que de cette façon il y aurait une augmentation du nombre de contacts métal-métal entre les particules.

Les capacités de liaison du Butvar ont également été démontrées par l'entremise du test de la résistance à l'émission de poussière. En effet, lors de ce test, une perte en carbone de seulement 2,65% a été ce qui est très bon étant donné que les résultats obtenus avec le ZnSt était d'environ 58% et que ceux avec le PS-1000B était de 50%. De plus, ce résultat est meilleur que celui obtenu avec le PS-1000B dans des conditions particulières de mélange. Cependant, le meilleur résultat obtenu demeure celui avec le Binder-102 où la perte en carbone a été de seulement 1,1%.

Le Butvar a donc permis d'obtenir les meilleurs résultats en terme d'écoulement et de densité apparente, c'est-à-dire 22,3 sec/50g et 3,64 g/cm<sup>3</sup>. De plus, la compressibilité et la résistance à vert obtenues avec le Butvar sont comparables à celles mesurées dans le cas d'un mélange standard contenant 0,75% ZnSt. Il est donc recommandé de poursuivre les essais avec le Butvar afin de trouver des propriétés et des conditions de mélanges optimales pour ce liant. En effet, il faudrait essayer des nouvelles proportions ou combinaison avec le Butvar, car il semble être un liant possédant un excellent potentiel. De plus, des essais avec une solution contenant du Butvar, mais sans lubrifiant devrait être utilisé afin de vérifier si le Butvar ne pourrait pas être considéré à la fois comme un

liant et un lubrifiant. Des mesures de forces d'éjection pour des mélanges contenant du Butvar devront également être effectuées.

#### **5.4 Conclusions**

Au cours de ce chapitre, un autre lubrifiant et deux liants ont été expérimentés. Des résultats intéressants sont ressortis de ces divers essais. Tout d'abord, un mélange contenant 0,75% de Métalloceuwax a permis d'obtenir une amélioration au niveau de la résistance à vert de 65% par rapport au ZnSt et de 40% par rapport au PS-1000B. Par contre, ce lubrifiant est moins efficace au niveau des autres propriétés et pour cette raison il est recommandé d'effectuer de nouveaux mélanges, mais cette fois à tiède afin de vérifier s'il ne serait pas possible d'améliorer ces propriétés.

Les deux liants expérimentés ont donné des faibles pertes en carbone, c'est-à-dire 1,1% pour le mélange contenant 0,4% Binder-102 et 2,65% pour le système 0,35% Butvar – 0,5% ZnSt. De plus, il a été observé que le Binder-102 donnait des résultats similaires ou légèrement meilleurs en terme d'écoulement, de compressibilité et de résistances à vert que ceux obtenus avec le PS-1000B mélangé dans des conditions spécifiques et optimales. Cependant, la densité apparente obtenue avec ce dernier était inférieure de 0,14 g/cm<sup>3</sup> à celle du PS-1000B (conditions optimales), mais similaire au ZnSt. Les forces d'éjections étaient quant à elles inférieures au PS-1000B et au ZnSt, ce qui signifie

que le Binder-102 possède de bonnes propriétés de lubrification en plus d'avoir d'excellentes propriétés de liaison.

Finalement, le Butvar a permis d'obtenir les meilleurs résultats en terme d'écoulement et de densité apparente, c'est-à-dire un écoulement de 22,3 sec/50g et une densité apparente de 3,64 g/cm<sup>3</sup>, ce qui représente des améliorations d'environ 5 sec/50g et de 0,5 g/cm<sup>3</sup> par rapport aux meilleurs résultats enregistrés au cours de ce travail. Les résultats de compressibilité et de résistances à vert sont comparables à un mélange contenant 0,75% ZnSt, mais inférieurs au PS-1000B. Il est donc recommandé de poursuivre les essais avec le Butvar en variant les quantités et le type de lubrifiant à combiner avec ce dernier dans le but d'obtenir des résultats optimaux pour l'ensemble des propriétés.



## CONCLUSIONS

---

Ce projet comportait principalement trois volets distincts : développement d'une nouvelle technique de mélange, optimisation des conditions de mélange avec un nouveau lubrifiant et essais avec différents liants. Par conséquent, différents mélanges de poudres d'acier ont été réalisés et les propriétés associées à ces mélanges ont été mesurées. Suite à ces essais, diverses conclusions et recommandations ont pu être apportées :

- Le mélangeur à fluidisation mécanique permet d'obtenir des propriétés similaires (écoulement, densité apparente et compressibilité), des mélanges homogènes tant au niveau de la composition chimique que de la granulométrie et ce pour des temps de mélange beaucoup plus courts (4 minutes) qu'un mélangeur double cône (15 minutes).
- Les propriétés comme l'écoulement et la densité apparente sont améliorées respectivement de 6% et de 5% avec une augmentation du temps de mélange (1 min vs 15 min) dans le mélangeur à fluidisation mécanique alors que la résistance à vert se détériore lorsque le temps de mélange est supérieur à 4 minutes (détérioration de 6% à 10% lorsque le temps de mélange passe de 2 à 15 minutes).

- Le mélangeur à fluidisation mécanique entraîne un changement de granulométrie (augmentation de 41% de la quantité de fines particules pour un temps de mélange de 8 minutes) et de morphologie (arrondissement des particules) conduisant à une meilleure densité apparente, mais à une résistance à vert moindre.
- L'utilisation d'un mélangeur à fluidisation mécanique permet de réduire la quantité de lubrifiant utilisée étant donné qu'une quantité de 0,55% ZnSt mélangée dans un mélangeur à fluidisation mécanique a donné des forces d'éjection moyennes similaires à un mélange contenant 0,75% ZnSt réalisé dans un mélangeur double cône (augmentation inférieure à 4%).
- L'utilisation des couteaux à haute vitesse accentue les effets obtenus sur la granulométrie et sur la morphologie ce qui a permis d'obtenir un gain de  $0,16 \text{ g/cm}^3$  par rapport à un mélange pour lequel les couteaux à haute vitesse n'étaient pas en fonction. De plus, les couteaux à haute vitesse entraînent une diminution deux fois plus importantes de la résistance à vert que l'emploi conventionnel du mélangeur à fluidisation mécanique, c'est-à-dire sans l'utilisation des couteaux à haute vitesse. Pour un temps de mélange de 4 min dans le mélangeur à fluidisation mécanique, il y a eu une perte de la résistance de 12,5% pour un mélange réalisé sans l'utilisation couteaux à haute et une perte de 27,0% pour un mélange utilisant les couteaux à haute vitesse comparativement à un mélange réaliser dans un mélangeur double cône pendant 15 minutes.

- Les mélanges réalisés avec le lubrifiant PS-1000B dans le mélangeur double cône ont démontré qu'il était possible d'obtenir un écoulement similaire avec 0,25% de PS-1000B qu'un mélange contenant 0,75% EBS. Par contre, l'écoulement était de 5 secondes plus lent à celui du mélange avec 0,75% ZnSt. La densité apparente avec 0,25% de PS-1000B était de  $0,05 \text{ g/cm}^3$  inférieure par rapport au mélange avec 0,75% ZnSt. Une augmentation de la quantité de PS-1000B avait pour effet d'accentuer l'écart entre le PS-1000B et le ZnSt et cet écart atteignait  $0,2 \text{ g/cm}^3$  lorsque la quantité de PS-1000B était de 0,4%. L'utilisation de 0,3% PS-1000B a cependant permis d'obtenir des gains importants de compressibilité d'environ  $0,1 \text{ g/cm}^3$  lorsque la pression de compaction était élevée (689 MPa (50 tsi)) en plus de permettre une amélioration de la résistance à vert de 7% et de 12% pour des densités respectives de 6,8 et  $7,0 \text{ g/cm}^3$ . Au niveau de l'éjection des comprimés, il semble qu'une quantité de 0,4% PS-1000B soit acceptable, car les valeurs des pics d'éjection étaient similaires à ceux obtenus avec 0,75% ZnSt. Cependant, un problème majeur noté avec le PS-1000B est que lorsqu'il est mélangé dans un double cône, il favorise la formation d'agglomérats rendant le mélange hétérogène.
- Le mélangeur à fluidisation mécanique a permis d'éliminer les agglomérations retrouvées dans les mélanges réalisés dans le double cône. De plus, les gains au niveau de la résistance à vert d'un mélange avec 0,3% PS-1000B mélangé pendant 2 minutes dans le mélangeur à fluidisation mécanique ont pratiquement

doublée par rapport à l'utilisation d'un double cône (les gains pour des densités de  $6,8 \text{ g/cm}^3$  et de  $7,0 \text{ g/cm}^3$  ont passés respectivement de 5% à 15% et de 12% à 25% avec l'utilisation du mélangeur à fluidisation mécanique). La densité apparente a également pu être améliorée grâce à l'utilisation du mélangeur à fluidisation mécanique. Le seul point négatif de l'utilisation du mélangeur à fluidisation mécanique avec le PS-1000B est l'écoulement qui est de beaucoup moins bon relativement aux lubrifiants conventionnels (pour des mélanges de 4 minutes dans le mélangeur à fluidisation mécanique l'écoulement était de 38,1 sec/50g avec le PS-1000B comparativement à 28,4 sec/50g pour le ZnSt).

- L'utilisation d'une même quantité de PS-1000B et de ZnSt, c'est-à-dire 0,3% a démontré que le ZnSt donnait un meilleur écoulement d'au moins 5 secondes et une meilleure densité apparente de  $0,2 \text{ g/cm}^3$ . Au niveau de la compressibilité, les résultats étaient similaires. De plus, pour une même quantité de lubrifiant le PS-1000B a donné des résistances à vert plus élevées que le ZnSt. Au niveau de l'éjection des comprimés, le mélange avec 0,3% PS-1000B a donné des résultats statistiquement équivalents au mélange standard composé de 0,75% ZnSt réalisé à l'aide d'un double cône et meilleurs que ceux pour 0,3% ZnSt. De ce fait, il est donc possible en utilisant 0,3% PS-1000B d'obtenir des gains importants au niveau de la compressibilité et de la résistance à vert tout en ayant des forces d'éjection qui semblent acceptables.

- Le cabosil, un agent favorisant l'écoulement, a montré qu'il permettait d'améliorer considérablement l'écoulement lorsqu'il est ajouté au PS-1000B en faible quantité (0,025%). Il a permis d'améliorer d'environ 5 secondes l'écoulement d'un mélange avec du PS-1000B, le faisant passer de 38,1 sec/50g à 32,6 sec/50g. Cependant, le cabosil a entraîné la dégradation de la résistance à vert et de la densité apparente (diminution de 8% de la résistance à vert pour une densité de 6,8 g/cm<sup>3</sup> et réduction de 0,14g/cm<sup>3</sup> pour la densité apparente). Au niveau de la résistance à vert, cette dernière demeurerait par contre plus élevée qu'un mélange standard avec 0,75% ZnSt.
- Une nouvelle méthode de mélange (conception d'un mélange préliminaire) a également été développée afin d'être en mesure d'utiliser un mélangeur double cône pour la conception de mélange contenant du PS-1000B tout en évitant la formation d'agglomérats. Ainsi, il a été possible de concevoir des mélanges dans le mélangeur double cône sans agglomération et certaines propriétés (densité apparente, résistance à vert) étaient améliorées alors que d'autres étaient moins bonnes (écoulement, compressibilité). Cependant, cette méthode nécessite l'utilisation d'un mélangeur à fluidisation mécanique et ce dernier après la fabrication du mélange préliminaire doit être complètement nettoyé et cette opération peut être très longue. Comme un mélangeur à fluidisation mécanique doit être utilisé de toute façon et que les propriétés sont suffisamment similaires, il est recommandé d'effectuer simplement le mélange dans ce dernier, ce qui

permettra de sauver des étapes de production et nécessairement du temps. De plus, contrairement à un mélangeur à double cône, l'emploi d'un mélangeur à fluidisation mécanique n'entraîne pas la formation d'agglomérats alors il est avantageux d'utiliser uniquement un mélangeur à fluidisation mécanique.

- Il a été également démontré que le PS-1000B mélangé avec la poudre de base dans certaines conditions de mélange bien précises pouvait agir comme liant temporaire et améliorerait significativement les propriétés du mélange. Ainsi, des pertes en carbone de 4,7% ont été obtenues comparativement à 58% pour un mélange standard de ZnSt. De plus, dans ces conditions, les propriétés comme l'écoulement, la densité apparente et la résistance à vert étaient améliorées significativement. Les valeurs d'écoulement, 27,9 sec/50g, et de densité apparente, 3,30 g/cm<sup>3</sup> étaient même meilleures, et ce pour la première fois, que celles obtenus avec le ZnSt.
- Le comportement du PS-1000B lors du frittage a également été étudié et il est ressorti que ce dernier brûlait complètement à une température de 450°C, ce qui n'est pas le cas du ZnSt (20% du ZnSt n'est pas éliminé durant le frittage). De plus, des gains d'environ 10% étaient obtenus avec le PS-1000B au niveau de la densité après frittage comparativement au ZnSt.

- Les essais avec 0,75% de Métalloccenwax ont permis d'obtenir une amélioration au niveau de la résistance à vert de 65% par rapport au ZnSt et de 40% par rapport au PS-1000B. Par contre, le Métalloccenwax est moins efficace en ce qui concerne les autres propriétés et pour cette raison il est recommandé dans des travaux futurs d'expérimenter ce dernier pour des mélanges réalisés à tiède étant donné qu'il est destiné à une telle pratique. Au niveau de l'écoulement, le Métalloccenwax a donné des temps de 5 secondes plus élevés qu'un mélange standard avec 0,75% ZnSt (33,9 vs 29,7 sec/50g). En ce qui concerne la densité apparente, cette dernière était de 0,33 g/cm<sup>3</sup> plus basse avec le Métalloccenwax que le ZnSt (2,86 vs 3,19 g/cm<sup>3</sup>). La compressibilité était également plus faible avec le Métalloccenwax, par exemple pour une pression de 689 MPa (50 tsi), la densité à vert était de 7,01 g/cm<sup>3</sup> avec le Métalloccenwax comparativement à 7,09 g/cm<sup>3</sup> pour le ZnSt.
- Les deux liants expérimentés ont donné des faibles pertes en carbone, c'est-à-dire 1,1% pour le mélange contenant 0,4% Binder-102 et 2,65% pour le système 0,35% Butvar – 0,5% ZnSt.
- Il a été observé que le Binder-102 donnait des résultats similaires ou légèrement meilleurs en terme d'écoulement, de compressibilité et de résistances à vert que ceux obtenus avec le PS-1000B mélangé dans des conditions spécifiques et optimales. Cependant, la densité apparente obtenue avec ce dernier était

inférieure de  $0,14 \text{ g/cm}^3$  à celle du PS-1000B (conditions optimales), mais similaire au ZnSt. Les forces d'éjections étaient quant à elle inférieures au PS-1000B et au ZnSt, ce qui signifie que le Binder-102 possède de bonnes propriétés de lubrification en plus d'avoir d'excellentes propriétés de liaison.

- Le Butvar a permis d'enregistrer des valeurs inégalées au cours de ce projet au niveau de l'écoulement et de la densité apparente. En effet, un écoulement de  $22,3 \text{ sec/50g}$  et une densité apparente de  $3,64 \text{ g/cm}^3$  ont été obtenus, ce qui représente des améliorations d'environ  $5 \text{ sec/50g}$  et de  $0,34 \text{ g/cm}^3$  par rapport aux meilleurs résultats enregistrés au cours de ce travail. Les résultats de compressibilité et de résistances à vert sont comparables à un mélange contenant  $0,75\%$  ZnSt, mais inférieurs au PS-1000B. Il est alors recommandé de poursuivre les essais avec le Butvar en variant les quantités et le type de lubrifiant à combiner avec ce dernier dans le but d'obtenir des résultats optimaux pour toutes les propriétés. Il pourrait s'avérer très judicieux de combiner le Butvar avec le Métallocenwax étant donné que le Butvar pourrait compenser les faiblesses du Métallocenwax au niveau de l'écoulement et de la densité apparente alors que l'inverse est aussi vrai dans le cas de la résistance à vert.



Finalement, à l'aide du tableau 6.1, il est possible d'observer l'ensemble des résultats importants obtenus au cours de ce projet de recherche.

Tableau 6.1 : Résumé de l'ensemble des résultats importants

Propriétés	0,75% ZnSt réf.	0,55% ZnSt	0,3% PS- 1000B	0,3% PS-1000B + 0,025% cabosil	0,3% PS-1000B Condition P2	0,5% ZnSt + 0,35% Butvar (sol.10%)	0,75% ZnSt réf. pour Butvar
Écoulement (sec/50g)	27,9	27,3	38,1	32,6	28,4	22,3	30,8
Densité apparente (g/cm <sup>3</sup> )	3,18	3,22	3,09	2,95	3,27	3,64	3,14
Densité à vert à 689 MPa (50 tsi) en g/cm <sup>3</sup>	7,09	7,14	7,17	7,17	7,19	7,00	7,01
Résistance à vert en MPa (psi) à 7,0 g/cm <sup>3</sup>	7,34 (1064)	7,92 (1148)	9,10 (1320)	7,94 (1151)	9,50 (1378)	8,74 (1268)	8,91 (1293)
Force moyenne d'éjection (kN)	7,34 ± 0,11	7,64 ± 0,11	7,56 ± 0,22	ND	7,75± 0,22	ND	ND
Résistance à l'émission de poussière (% perte en carbone)	58,5	ND	50,6	ND	15,9	2,65	ND

Ainsi, à partir de ces résultats, nous pouvons conclure d'une façon générale que l'emploi d'un mélangeur à fluidisation mécanique permettait de réduire la quantité de lubrifiant conventionnel à 55%. Cette quantité peut être réduite à 0,3%, mais pour ce faire il faut

utiliser nouveau lubrifiant appelé le PS-1000B. Nous avons également déterminé des conditions de mélanges optimales (P2) améliorant l'ensemble des propriétés obtenues avec le PS-1000B étant donné que dans ces conditions, le PS-1000B agissait comme un liant temporaire. Finalement, l'utilisation du liant appelé Butvar permet d'obtenir des valeurs d'écoulement et de densité apparente supérieures à celles obtenues avec le ZnSt et le PS-1000B mélangé dans des conditions optimales tout en ayant des valeurs de compressibilité et de résistance à vert comparable au ZnSt. De plus, le Butvar a démontré qu'il possédait des bonnes propriétés de liaison avec une faible perte en carbone de 2,65%.

## RÉFÉRENCES

---

ADLER, A. (1969). Flow Properties of Metal Powders, The International Journal of Powder Metallurgy, American Powder Metallurgy Institute, Volume 5, No.1, pp. 7 à 20.

American Society for metals. (1984). Metals Handbook, 9<sup>ème</sup> édition, vol. 7, Powder Metallurgy, Metals Park (Ohio), p.90.

ANGELO, G., BALL, W.G. et HIBNER, P. (1998). Update : Die Wall Lubrication, Advances in Powder Metallurgy & Particulates Materials, Metal Powder Industries Federation, Princeton, NJ, vol. 3, part 11, pp 55 à 65.

AUBORN, J.N. et CHOO, J.S. (1993). Mechanisms of Lubrication in Powder Metallurgy, Advances in Powder Metallurgy & Particulates Materials, Metal Powder Industries Federation, Princeton, NJ, vol. 2 pp. 17 à 25.

AUBORN, J.N. et CHOO, J.S. (1994). Effect of Chemistry and Compact Density on the Decomposition of P/M Lubricants, Advances in Powder Metallurgy & Particulates Materials, Metal Powder Industries Federation, Princeton, NJ, vol. 3 pp. 103 à 116.

BAÏLON, J-P. et DORLOT, J-M. (2000). Des Matériaux, 3<sup>e</sup>édition, Presses Internationales Polytechnique, Montréal, Canada, p. 268.

BOCKSTIEGEL, G. et SVENSSON, O. (1971). The Influence of Lubrication, Die Material and Tool Design Upon Die-Wear in the Compacting of Iron Powders, Modern Developments in Powder Metallurgy, Metal Powder Industries Federation, New York, NY, vol. 4 pp 87 à 114.

CHAGNON, F., GÉLINAS, C. et TRUDEL Y. (1994). Development of high density materials for P/M applications, Advances in Powder Metallurgy & Particulates Materials, Metal Powder Industries Federation, Princeton, NJ, vol. 3 pp 199 à 206.

CHAMPAGNE, B., COLE, K. et PELLETIER, S. (1995). Segregation-Free Metallurgical Blends Containing a Modified PVP Binder, United States Patent 5,432,223, U.S.A..

ELWAKIL, S.D. et DAVIES R. (1973). Lubrication Effects in the Compaction of Sponge-Iron Powder at Low and High Speeds, Powder Metallurgy, vol. 16 (31) pp 72 à 87.

FERGUSON, B. L. et KRAUSS, T.M. (1990). Modeling Ejection of Die Pressed Parts, Advances in Powder Metallurgy & Particulates Materials, Metal Powder Industries Federation, Princeton, NJ, vol. 1, pp 147 à 164.

GAGNÉ, M. (1997). Behavior of Powder Mix Constituents During Cold and Warm Compaction, Advances in Powder Metallurgy & Particulates Materials, Metal Powder Industries Federation, Princeton, NJ, vol. 1, part 3, pp 19 à 33.

GAGNÉ, M., THOMAS, Y. et LEFEBVRE, L.P. (1998). Effect of Compaction Temperature on the Lubricant Distribution in Powder Metal Parts, Advances in Powder Metallurgy & Particulates Materials, Metal Powder Industries Federation, Princeton, NJ, vol. 3, part 11, pp 39 à 53.

GIACCO, A.F., HURLER, M.P. et SANT'ANGELO, J.G. (1996). Usefulness of QPAC Poly(alkylene carbonates) as Binders in Metal and Ceramic Powder Binding Applications, Advances in Powder Metallurgy & Particulates Materials, Metal Powder Industries Federation, Princeton, NJ, vol. 2, part 6, pp 41 à 58.

GERMAN, R.M., CHRISTIAN, K.D., SACHER, R.S., HALL, L. et REINERT, J. (1986). A Comparative Evaluation of Lubricants for Ferrous Structural Alloys, Progress in Powder Metallurgy, Metal Powder Industries Federation, Princeton, NJ, vol. 42, pp. 405-418.

GERMAN, R.M. (1989). Particle Packing Characteristics, Metal Powder Industries Federation, Princeton, NJ.

GERMAN, R.M. (1994). Powder Metallurgy Science, Second Edition, Metal Powder Industries Federation, Princeton, NJ.

GRIFFO, A., POTTER, T. et GERMAN, R.M. (1995). Comparative Study of Two Clean Burning P/M Lubricants, Advances in Powder Metallurgy and Particulate Materials, Metal Powder Industries Federation, Princeton, NJ, vol. 1 pp 3-19 à 3-29.

HWANG, K-S. et LIN, K-H. (1992). Lubricant Removal in Metal Powder Compacts, The International Journal of Powder Metallurgy, American Powder Metallurgy Institute, Volume 28, No.4, pp. 353 à 367.

JAMES, W.B. et CAUSTON, R.J. (1992). Surface Hardenable Heat Treated P/M Steels, Advances in Powder Metallurgy & Particulates Materials, Metal Powder Industries Federation, Princeton, NJ, vol. 5 pp 65 à 96.

KNOPP, W.V. (1993). Effect of the Type of Lubricant on Green Strength, Advances in Powder Metallurgy & Particulates Materials, Metal Powder Industries Federation, Princeton, NJ, vol. 2 pp 27 à 34.

KOERNER, R.M. (1971). Effects of Particle Size and Size Distribution on the Compaction of Iron and Nickel Powders, Modern Developments in Powder Metallurgy, Plenum Press, New York, NY, vol. 4 pp.115-126.

LAWRENCE, A.I., LUK, S.H. et HAMILL, J.A. (1997). A Performance Comparison of Current P/M Lubricants and Routes to Improvement, Advances in Powder Metallurgy & Particulates Materials, Metal Powder Industries Federation, Princeton, NJ, vol. 1, part 4, pp. 3 à 21.

LEE, S.H., CHOI, J.W., JEUNG, W.Y. et MOON, T.J. (1999). Effects of Binder and Thermal Debinding Parameters on Residual Carbon in Injection Molding of Nd(Fe, Co)B Powder, Powder Metallurgy, vol. 42, No.1, pp 41 à 44.

LENEL, F.V. (1980). Powder Metallurgy Principles and Applications, Metal Powder Industries Federation, Princeton, NJ.

LEOPOLD, P.M. et NELSON, R.C. (1965). The Effect of Die-Wall Lubrication and Admixed Lubricant on the Compaction of Sponge-Iron Powder – Part 2 Effect of Lubrication on Ejection Pressure, The International Journal of Powder Metallurgy, American Powder Metallurgy Institute, Volume 1, No.4, pp. 37-40.

LI, Y., ZHANG, T., LEO NGAI, T., XIA, LONG, Y. et ZHANG W. (2000), Study on iron based materials prepared by warm compaction, Advances in Powder Metallurgy & Particulates Materials, Metal Powder Industries Federation, Princeton, NJ, part 3, pp. 71 à 77.

LUK, S.H. (1997). Iron-Based Powder Compositions Containing Green Strength Enhancing Lubricants, United States Patents 6,039,784, U.S.A..

LUK, S.H., CHAN, F.Y. et KUZMICZ, V. (1998). Higher Green Strength and Improved Density by Conventional Compaction, Advances in Powder Metallurgy & Particulates Materials, Metal Powder Industries Federation, Princeton, NJ, vol. 3 part11, pp. 81 à 101.

LUK, S.H. (2000). Advances in Binder – Treatment Technology Statistical Data on Ancorbond Plus, Advances in Powder Metallurgy & Particulates Materials, Metal Powder Industries Federation, Princeton, NJ, vol. 3 pp. 167 à 182.

MPIF STANDARD. (1998). Standard Test Method for Metal Powders and Powder Metallurgy Products, Metal Powder Industries Federation, Princeton, NJ.

NAYAR, H. et WHITE, G. (1995). Indication of complete delubing, Advances in Powder Metallurgy & Particulates Materials, Metal Powder Industries Federation, Princeton, NJ, vol. 1, part 3, pp. 11 à 18.



OLIVER, C. et CLISBY, S. (1993). Method of Making an Iron/Polymer Composition, United States Patent 5,225,459, U.S.A..

SAHA, D et APELIAND. (2002). Control Strategy for De-Lubrication of P/M Compacts, The International Journal of Powder Metallurgy, American Powder Metallurgy Institute, Volume 38, No.3, pp. 71-79.

SAKURANDA, I., OKABE, R., OMURA, T., KIYOTA, Y. et TAKAJO, S. (1992). Iron Base Powder Mixture and Method, United States Patent 5,135,566, U.S.A..

SEMEL, F.J. et MCDERMOTT, M.J. (1997). Recent Applications of Binder Treatment Technology, Advances in Powder Metallurgy & Particulates Materials, Metal Powder Industries Federation, Princeton, NJ, vol. 1, part 2, pp. 23 à 42.

SUH, S., PATEL, S. et NASH, P. (1991). A Study of Compressibility, Green and Sintered Strength of Iron Powders, Advances in Powder Metallurgy and Particulate Materials, Metal Powder Industries Federation, Princeton, NJ, vol. 5 pp 151 à 160.

ST-LAURENT, S., CHAGNON, F. et THOMAS, Y. (2000). Study of Compaction and Ejection Properties of Powder Mixes Processed by Warm Compaction, Advances in Powder Metallurgy and Particulate Materials, Metal Powder Industries Federation, Princeton, NJ, vol. 3 pp79 à 90.

THOMAS, Y. COLE, K.C., PELLETIER S. et ST-LAURENT S. (1997). Influence of Temperature on Properties of Lithium Stearate Lubricant, Advances in Powder Metallurgy and Particulate Materials, Metal Powder Industries Federation, Princeton, NJ, vol. 1, part 4, pp 23 à 34.

THOMAS, Y., PELLETIER, S. et MCGALL, J.M. (1998). Effect of Compaction Temperature on the Lubrification Behavior of Different Lubricant/Steel Powder Compositions, Advances in Powder Metallurgy and Particulate Materials, Metal Powder Industries Federation, Princeton, NJ, vol. 3, part 11, pp 25 à 38.

THOMAS, Y. (1999). Ferrous Powder Composition containing a Polymeric Binder-Lubricant blend, United States Patent 5,980,603, U.S.A..

THOMAS, Y., COLE, K.C. et TREMBLAY, L. (2001). Complexable Polymeric Binder-Lubricant Blends, Advances in Powder Metallurgy and Particulate Materials, Metal Powder Industries Federation, Princeton, NJ, part 3, pp 20 à 30.

TOBUREN, D., L'ESPÉRANCE, H., L'ESPÉRANCE, G., KASER, J.,  
HAMMOND, D., et FRANK, T. Lödige Process Technology, P/M Lubrication Technology seminar.

TREMBLAY, L. et THOMAS, Y. (1999). Enhanced Green Strength Lubricating Systems for Green Machining Ferrous Material, Advances in Powder Metallurgy and Particulate Materials, Metal Powder Industries Federation, Princeton, NJ, Vol. 1, part 2, pp 141 à 156.

TREMBLAY, L., CHAGNON, F. et THOMAS, Y. (2001). Enhancing Green Strength of P/M Materials, Advances in Powder Metallurgy and Particulate Materials, Metal Powder Industries Federation, Princeton, NJ, part 3, pp 129 à 141.

TURENNE, S., GODÈRE, C et THOMAS, Y. (2000). Effect of Temperature on the Behavior of Lubricants During Powder Compaction, Powder Metallurgy, vol. 43, No.2, pp 139 à 142.

WHITE, G.R., GRIFFO, A. et NAYAR, H. (1995). Evaluation of the Delubrication Characteristics of a New Lubricant for P/M Compacts, Advances in Powder Metallurgy and Particulate Materials, Metal Powder Industries Federation, Princeton, NJ, vol. 1 pp 3-3 à 3-10.

YARNTON, D. et DAVIES, T.J. (1963). The Effect of Lubrication on the Pressing of Metal Powder Compacts, Powder Metallurgy, vol. 6 no. 11 pp 1 à 22.